

# **EXHIBIT 90**

CONFIDENTIEL

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**SAMPLE N° 825425**

**REANALYSIS**

## LIST OF CONTENT

### **SECTION 1 : ADMINISTRATIVE PART**

**pages 1-4**

<u>Internal chain of custody of bottles</u>	1
<u>Internal chain of custody of aliquots</u>	4

### **SECTION 2 : TECHNICAL PART**

**pages 5-87**

<u>Confirmation analysis by GC/C/IRMS</u>	5-87
1- List of performed analyses	5
2- Confirmation instruction	6
3- Method and preparative form	8
4- GC/MS analysis	27
4-1 Description of GC/MS analysis	27
4-2 GC/MS analysis data	29
- Injection sequence	29
- Positive references	30
- Negative aliquot and Sample A 825425 for each fraction	34
4-3 Data on Instrument performances	46
4-4 Result form	49
5- Isotopic ratio analysis	52
5-1 Description of GC/C/IRMS analysis	52
5-2 Isotopic ratio analysis data	55
- Injection sequence	55
- Negative aliquot and Sample A 825425 for each fraction	56
5-3 Data on Instrument performances	68
5-4 Result form	86

### **SECTION 3 : Certificate of analysis n°30209**

**page 88**

<b>a f l d</b> Département des analyses	<b>ENREGISTREMENT</b>	Codification : E-CE-01 Version : E Date : 21/03/2007 1/2
<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE CONTROLE</b>		

Date de l'analyse de contrôle : 19/04/07

**Demande**

Demande faite par : USA DA

N° d'échantillon concerné : A 825 425

Nature du milieu biologique : urine

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Identification des personnes présentes pour l'analyse de contrôle**

Laboratoire			Témoin indépendant	Expert	Autres
Nom : de Caennis	Corinne Buisson	Claire Frelat			CSADA
Signature					

**Chaîne de détention interne**

Lieu de déstockage : Chambre froide ☒ Congélateur ☐ n° CH.FR.1...

Conditions de stockage : -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☒

Destockage des flacons : A ☒ B ☐

Date : 19/04/07. Heure : 11h 20. Opérateur : 10

**Vérification de l'identification**

Système : Versapak ☐ Berlinger ☒ Autre ☐ N° : A 825 425

Conformité par rapport au procès verbal de contrôle antidopage : Oui ☒ Non ☐

Intégrité des scellés : Oui ☒ Non ☐

Validation de la conformité de l'échantillon (Signatures) :

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre USA DA

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CE-01 ----- Version : E Date : 21/03/2007 2/2
		<b>FORMULAIRE DE TRAITEMENT DE L'ECHANTILLON LORS D'UNE ANALYSE DE  CONTROLÉ</b>

**Ouverture du scellé :**

Date : 19./04./07. Heure : 11.... h.35... Opérateur : ....26.....

Localisation : salle n° 004.....

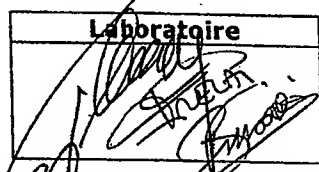
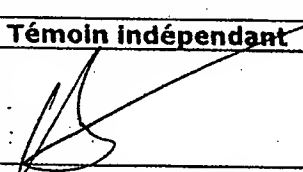
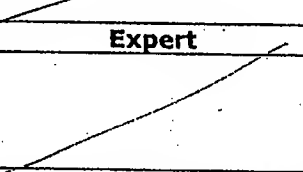
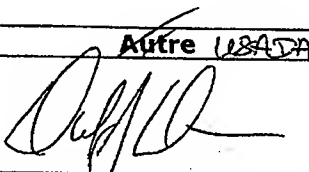
N° du flacon : A825425

Volume : 30....mL

(si le milieu est congelé attendre sa décongélation pour mesurer le volume)

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Validation de l'ouverture du scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre (USADA)
			

**Remise sous scellé :**

Oui ☒

Non ☐

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur: .....

Système : Versapak ☐ Berlinger ☐ Autre ☐ .....

N° de flacon : ..... N° de scellé : .....

Volume restant : .....

Lieu de stockage : Chambre froide ☐ Congélateur ☐ n°.....

Conditions de stockage : -80°C ☐ -20°C ☐ +4°C ☐

**Stockage de la remise sous scellé**

Date : ...../...../..... Heure : ..... h..... Opérateur : .....

**Validation de la remise sous scellé (Signatures) :**

Laboratoire	Témoin indépendant	Expert	Autre

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier analytique de la contre expertise.

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05 A Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES FLACONS A ET B

N° de Série :

Réception et Stockage avant enregistrement (si nécessaire):

Réception par	Date et Heure	Stockage	Heure

Stockage après enregistrement :

Flacons	Entreposés par	Date et Heure	Lieu

Chaîne de possession des flacons A:

Echantillon A 825425

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert
16/04/2007 09h30	49/10	CH-FR.5 (-20°C)	Déstockage pour renumérotation
16/04/2007		CH-FR.1 (+4°C)	Stockage après nouvelle numérotation
17/04/2007 11h25	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°2 puis restockage
18/04/2007 10h30	01	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°3 puis restockage
19/04/2007 11h20	10	Salle 004 (ambiant)	Déstockage pour tirage au sort n°4
19/04/2007 11h35	26	Salle 004 (ambiant)	Ouverture des scellés
19/04/2007 11h40	26	Salle 004 (ambiant)	Mise en tube pour confirmation IRMS (EC31)

Chaîne de possession des flacons B:

Echantillon

Date	Code opérateur	Localisation	Raison du transfert

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

3

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-05B Version : C Date : 17/10/2006 1/1
		TRACABILITE DES ALIQUOTES A ET B

N° de Série :

**Chaîne de possession des aliquotes A:**

**Echantillon A 825425**

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques
19/04/2007 12h05	Aliquote EC31	26	Préparation jusqu'à acétylation	Confirmation IRMS(EC31)
20/04/2007 09h15	Aliquote EC31	26	Fin de préparation	
20/04/2007 15h16	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/MS sur MSD22	
20/04/2007 18h00	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Reprise pour analyses IRMS	
20/04/2007 19h06	Aliquote EC31 (3 fractions)	26	Analyse GC/C/IRMS sur ISOPRIME 2	Absence d'appauvrissement isotopique significatif

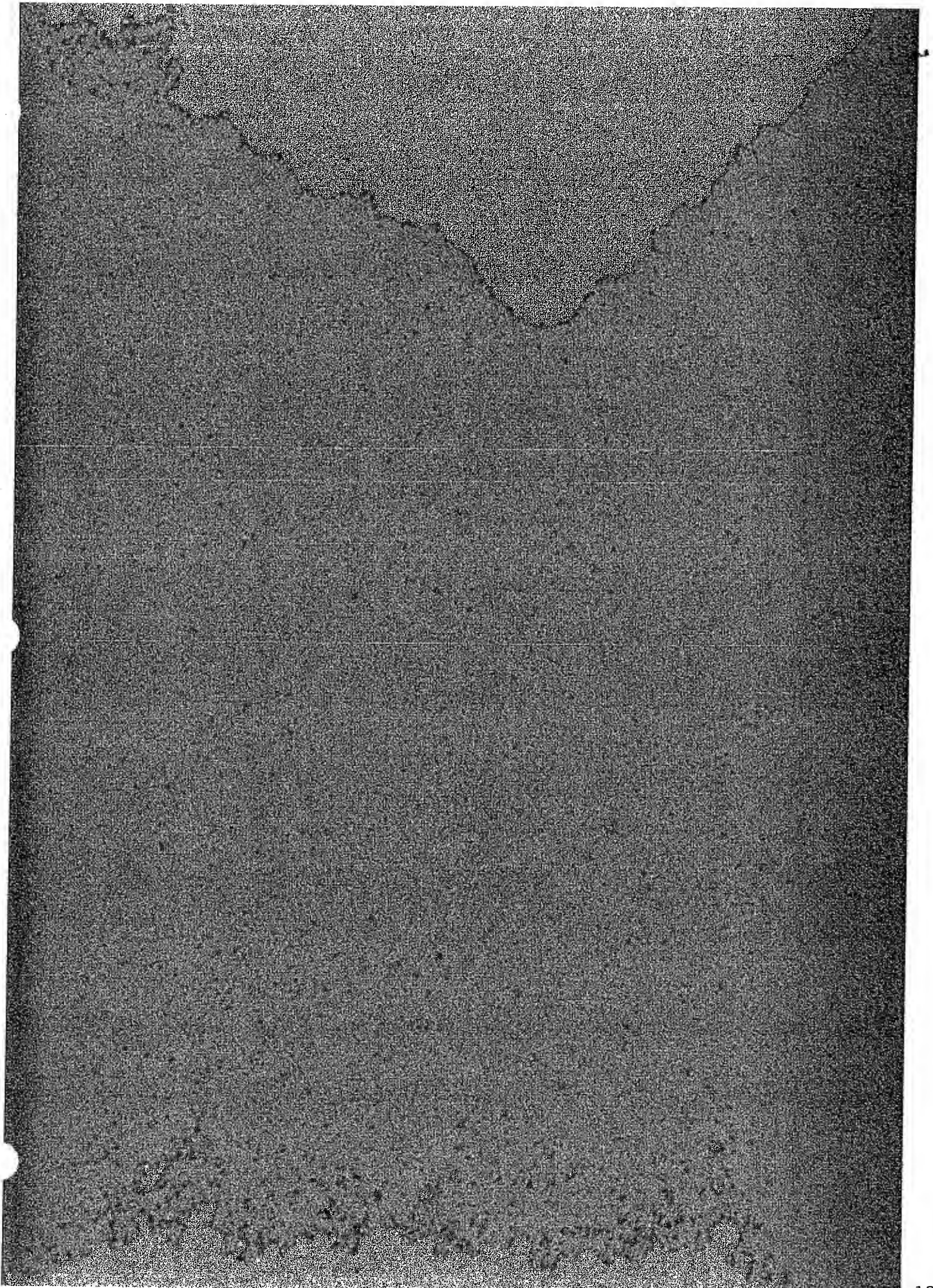
**Chaîne de possession des aliquotes B:**

**Echantillon**

Date	Aliquote(s)	Code opérateur	Etape	Remarques

Cet enregistrement est à conserver dans le dossier de la série s'il n'y a pas de positif ou dans le dossier positif.

4





LNDD	ENREGISTREMENT	Code : E-RECAP-01 Version : J Date : 09/06/2006
------	----------------	---

### FICHE RECAPITULATIVE DES ANALYSES PRESENTEES

#### ECHANTILLON

N° de laboratoire :		N° échantillon :	A 825425
Produit(s) confirmé(s) :	Analyse Biologique Reine		
pH mesuré en conf :	5.2	Densité affichée en conf :	1.025
		Réfractomètre n° :	2
		* Densité corrigée :	1.027

#### CONFIRMATION QUALITATIVE

Essai n° :	EC	3	Version :	C
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	24	Version :	A/B
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-	5241		
CG/SM (SCAN) <input checked="" type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM2 <input type="checkbox"/>	CG/SM3 <input type="checkbox"/>	
CL/SM <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>	
IMM <input type="checkbox"/>	EPO <input type="checkbox"/>	CG/C/IRMS <input checked="" type="checkbox"/>	Cytométrie <input type="checkbox"/>	

#### CONFIRMATION SEMI-QUANTITATIVE

Essai n° :	EC	Version :	
Mode opératoire de préparation :	M-EX-	Version :	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-		
CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>		
CL/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CL/SM2 <input type="checkbox"/>	CL/SM3 <input type="checkbox"/>	CL/UV <input type="checkbox"/>
Concentration estimée :			
* Concentration corrigée :			

#### CONFIRMATION QUANTITATIVE

Essai n° :		Version :	
Mode opératoire de préparation :		Version :	
Mode opératoire d'analyse :	M-AN-		
CG/TSD <input type="checkbox"/>	CG/SM (SIM) <input type="checkbox"/>	CG/SM (SCAN) <input type="checkbox"/>	IMM <input type="checkbox"/>
Concentration mesurée :			
* Seuil corrigé :			

#### DERIVAGE RAPIDE

ES02 -BBS (CG-SM) <input type="checkbox"/>	ES08 -HES (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES06 - IMM <input type="checkbox"/>
ES02C -EPH (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES08B -PS <input type="checkbox"/>	ES07 -EPO <input type="checkbox"/>
ES03 -CD (CL/SM) <input type="checkbox"/>	ES03B -LCH (CL/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS01 -HBOCs <input type="checkbox"/>
ES04 -H (CG/SM) <input type="checkbox"/>	ES05 -MS2 (CG/SM/SM) <input type="checkbox"/>	ESS02 -TS <input type="checkbox"/>
ES03C -LCH (CL/SM) <input type="checkbox"/>		

Code opérateur de l'analyste : 28	Code opérateur du responsable : 10
Date et paraphe : 21/4/07	Date et paraphe : 21/04/07
Hors portée d'accréditation : <input type="checkbox"/>	
Raison ou numéro d'écart de la déclaration en hors portée :	

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation

\* à remplir par le responsable

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-CONF-31 Version : D Date : 17/01/2006 1 / 2
CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Appareil utilisable : ISOPRIME MICROMASS - GV INSTRUMENT

Mode opératoire d'extraction : M-EX-24

APPLICABLE le

19 JAN. 2006

Mode opératoire de préparation du Mix Acétate: M-EXMix-05

Mode opératoire d'analyse: - GC/MS: M-AN-52

- GC/C/IRMS: M-AN-41

L'analyse GC/MS doit être effectuée avant l'analyse GC/C/IRMS

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Mode opératoire de dépouillement : - GC/MS: M-RDP-05

- GC/C/IRMS: M-DP-31

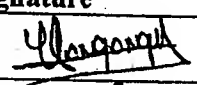
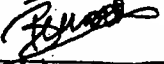
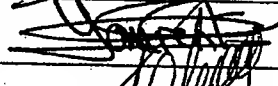
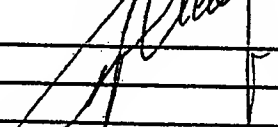
Dépouiller l'analyse GC/MS avant d'effectuer l'analyse GC/C/IRMS

Traiter simultanément :  
un blanc urinaire  
un aliquot échantillon

CONFIDENTIEL

6

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-CONF-31
		Version : D Date : 17/01/2006 2 / 2
<b>CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	17/01/2006	

EVOLUTIONS
------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	31/10/2002
B	Révision biennale	24/01/2005
C	Ajout d'une extraction sur Gilson	28/10/2005
D	Ajout de la préparation du mix acétate (M-EXMIX-05). Ajout de M-RDP-05.	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : <b>M-EX-24</b> Version : <b>C</b> Date : 17/01/2006 1 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

*Documents utilisés : E-TE-03C, I-VOL-01, I-EX-06, I-EX-07, I-EX-08 et I-TRAC-03C*

Remplir la fiche de préparation - confirmation / contre expertise en CPG/C/SMRI E-TE-03C

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactifs et produits</u>
Prise d'essai selon I-VOL-01 8 ml maximum par tube	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Biohit 1-5ml Cônes Biohit	<b>APPLICABLE le</b> <b>19 JAN. 2006</b>
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	
Transvaser le surnageant dans tube préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-06	Cartouches Bond Elut C18 500mg Tubes Kimbles 16x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	ASSURANCE QUALITÉ LNDD
Ajouter 1.5 ml de tampon phosphate pH = 6.5	Dispensette	Azote  Tampon Phosphate pH = 6.5 Chambre froide à +4°C (cf M-P-05)
Agiter jusqu'à dissolution complète	Vortex	
Ajouter 2 gouttes de β-glucuronidase	Compte goutte	β-glucuronidase Chambre froide à +4°C
Boucher et agiter 1 seconde	Bouchons Zymark Vortex	
Hydrolyser 1h00 à 55°C	Etuve	
Centrifugation 5 minutes	Centrifugeuse 4000 tr/min	<b>CONFIDENTIEL</b>
Transvaser le surnageant dans tubes préalablement identifiés (cf I-TRAC-03C)	Tubes Kimble 16x100 mm Pipette Pasteur	
Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-07	Cartouches Bond Elut C18 200mg Tubes Kimble 13x100 mm	
Evaporation à sec	Bain à sec à 60°C	
		Azote

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 2 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

### Opérations

### Matériel

### Réactifs et produits

Dissoudre et réunir dans un tube les extraits du même échantillon :  
Mettre de côté un tube sec  
Ajouter 500 µl d'acétonitrile dans les autres tubes et agiter 10s avant de les transvaser dans le tube sec

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur  
Vortex

Acétonitrile

Rincer les tubes transvasés avec 500µl d'acétonitrile

Pipettman de 1 ml  
Pipette pasteur

Acétonitrile

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 50 µl de pyridine  
Ajouter 50 µl d'anhydride acétique

Pipettman de 50 µl - Cônes Greiner  
Vortex

Pyridine desséchée  
Anhydride acétique > 99%

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale  
Agiter 5 secondes et boucher

Vortex

Dérivier le tube bien fermé 1h00 à 60°C ou laisser une nuit à température ambiante

Bain à sec à 60°C  
ou  
Portoir à tubes sous hotte

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Ajouter 1 ml d'acétonitrile  
Agiter 10 secondes  
Ajouter 1 ml d'eau ultrapure  
Agiter 10 secondes

Pipette Biohit 1-5 ml  
Cônes Biohit

Acétonitrile  
Eau ultrapure

Extraire sur SPE Rapid Trace selon I-EX-08

Cartouches Baker C18 500 mg  
Tubes kimble 13x100 mm

Evaporation à sec des fractions  
F1 (environ 2h00)  
F2 (environ 1h30)  
F3 (environ 45min)

Bain à sec à 80°C

Azote

**CONFIDENTIEL**

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EX -24 Version : C Date :17/01/2006 3 / 4
METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

### Traitement des fractions F1, F2 et F3

#### Opérations

#### Matériel

#### Réactifs et produits

Ajouter le SI selon I-VOL-01

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 200 ng/µl

Ajouter 200 µl d'acétonitrile

Pipettman réglable de 200 µl  
Cônes Greiner

Acétonitrile

Reprendre par rotation légère du tube en position quasi horizontale

Centrifugation 5 minutes

Centrifugeuse 4000 tr/min

Transférer dans les vials préalablement identifiés selon I-TRAC-03C

Vials en verre avec insert 300 µl ou vials en verre de 1.5ml selon le volume

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane selon I-VOL-01

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

#### Après analyse GC/MS :

Réajustement du SI si nécessaire (Cf. I-VOL-01)  
Agiter 10 secondes

Seringue Hamilton de 50 µl ou de 100 µl selon le volume ajouté

Androstanol acétate H67 0.2mg/ml

Evaporation à sec

Bain à sec à 60°C

Azote

Reprendre dans de l'hexane (Cf I-VOL-01)

Pipettman réglable de 200 µl ou 1ml

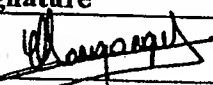
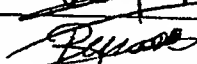

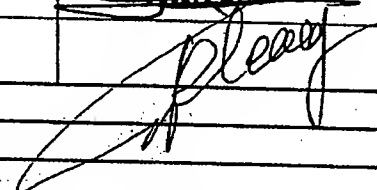
Hexane

Sertir et Agiter 10 secondes

Capsules à sertir - Vortex

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-EX -24- Version : C Date :17/01/2006 4 / 4
<b>METHODE DE PREPARATION POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	16/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	16/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	17/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	17/01/2006	

#### EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	03/06/2002
2	Modification des quantités de SI et d'ACN, ajout d'une remarque sur l'importance de la rotation des tubes	14/10/2002
A	A --> Passage de projet en document validé : modification temps/température acétylation	04/02/2004
B	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04)	16/07/2004
C	changement de cartouche pour la première extraction addition d'une nouvelle fraction d'analyse réunion des aliquots d'un même échantillon avant dérivation l'évaporation des phases organiques se fait maintenant sous azote (E-INFO du 10/05/04) changement SE en SI et ajout analyse GC/MS avant GC/C/IRMS	17/01/2006

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 1 / 3
PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/CIRMS		

Application :	Irms0.spe
Durée d'extraction pour un tube:	13.30min
Tube utilisé:	Kimble 16x100mm
Type de cartouche utilisée:	Bond Elut C18 Varian 500mg/3ml

*Documents utilisés: I-M-02, I-N-02*

### 1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Voie 1 : Méthanol  
 Voie 2 : Eau ultrapure  
 Voie 3 : Acétonitrile  
 Voie 4 : Rien  
 Voie 5 : Rien  
 Voie 6 : Rien  
 Voie 7 : Rien  
 Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre

### 2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les puges eau, air et/ou solvant. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes de recueil et placer les cartouches .

L'ordre de passage est le suivant:

Blanc urinaire 1  
 Echantillon 1  
 Blanc urinaire 2  
 Echantillon 2  
 ...

Pour lancer l'extraction, voir I-N-02.

CONFIDENTIEL



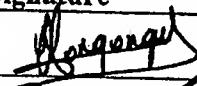

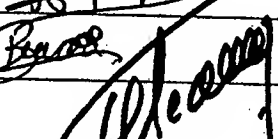
<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

**3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :**

Etape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	3	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	3	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	8.5	4
Lavage	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Séchage	1 minute			
<b>Elution</b>	<b>Méthanol</b>	<b>Fraction 1</b>	<b>6</b>	<b>2</b>
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	2	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	2	20

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -06 Version : C Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>PREMIERE EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	06/02/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Révision biennale changement de cartouche d'extraction et des volumes de lavage et d'élution homogénéisation titre , ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 1 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPÉ) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	Irms1te.spe
Durée d'extraction par tube :	16.30 min
Tube utilisé de recueil utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Bond Elut C <sub>18</sub> Varian – 200 mg / 3 ml

Documents utilisés : I-M-02, I-N-02

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

### 1. DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
 Voie 2 : Eau ultrapure  
 Voie 3 : Acétonitrile  
 Voie 4 : Rien  
 Voie 5 : Rien  
 Voie 6 : Rien  
 Voie 7 : Rien  
 Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

### 2. LANCEMENT DE L'EXTRACTION :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire. Voir I-M-02.

Positionner à droite les tubes à extraire et disposer au niveau des recueils les tubes 13x100mm insérés dans les tubes 16x100mm.

L'ordre de passage est le suivant :

Blanc urinaire 1 tube 1  
 Blanc urinaire 1 tube 2  
 Blanc urinaire 1 ....  
 Echantillon 1 tube 1  
 Echantillon 1 tube 2  
 Echantillon 1 ....  
 Blanc urinaire 2 tube 1  
 Blanc urinaire 2 tube 2  
 Blanc urinaire 2 ....

**CONFIDENTIEL**

15

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 2 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Echantillon 2 tube 1

Echantillon 2 tube 2

Echantillon 2 ....

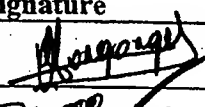


Placer les cartouches et lancer l'extraction selon I-N-02.

### 3. DESCRIPTION DES PRINCIPALES ETAPES DE L'EXTRACTION :

Étape	Source	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	Méthanol	Poubelle	4	10
Conditionnement colonne	Eau ultrapure	Poubelle	4	10
Chargement échantillon	Echantillon	Poubelle	2	4
Préparation du mélange 20%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.8 / 3.2	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 20/80	Poubelle	4	2
Préparation du mélange 30%	Acétonitrile / Eau ultrapure	Mixer	0.6 / 1.4	30
Lavage	Acétonitrile / Eau ultrapure 30/70	Poubelle	2	2
Séchage	1 minute			
Elution	Acétonitrile	Fraction 1	4	2
Rinçage canule	Eau ultrapure	Canule	4	20
Rinçage canule	Méthanol	Canule	4	20

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -07 Version : D Date : 06/02/2006 3 / 3
<b>DEUXIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	06/02/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	06/02/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	06/02/2006	

EVOLUTIONS
------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	24/10/2002
B	Révision biennale changement des volumes de lavage et d'élution	31/08/2004
C	Réajustement de l'extraction	22/04/2005
D	Réajustement de l'extraction D:homogénéisation du titre, ajout I-M-02 et I-N-02	06/02/2006

**CONFIDENTIEL**

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	<b>Codification : I-EX -08</b> <b>Version : C</b> <b>Date : 08/09/2005</b> 1 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Application :	irms2te.spe
Durée d'extraction pour un tube :	41,3 min
Tube utilisé :	Kimble 13x100 mm
Type de cartouche utilisée :	Baker C <sub>18</sub>
Volume de la cartouche :	500 mg / 3 ml

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

APPLICABLE le  
08 SEP. 2005

# 1 - DISPOSITION DES SOLVANTS :

Voie 1 : Méthanol  
Voie 2: H<sub>2</sub>O (ultrapure)  
Voie 3: Acétonitrile  
Voie 4: Rien  
Voie 5: Rien  
Voie 6: Rien  
Voie 7 : Rien  
Voie 8 : Rien

Les voies 4, 5, 6, 7 et 8 restent à l'air libre.

# 2 - LANCEMENT DE LA SEQUENCE D'ANALYSE :

Effectuer les purges eau, air et solvant si nécessaire (cf I-M-02)  
Lancer l'extraction selon I-N-02

Positionner à droite les tubes à extraire et à gauche les tubes éluats.  
Utiliser le gros rack, disposer au niveau des recueils les tubes 13x100 mm insérés dans des tubes 16x100 mm et placer les échantillons dans l'ordre suivant :

**CONFIDENTIEL**

LNDD	INSTRUCTION	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 2 / 3
TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS		

Tubes des échantillons	Tubes des recueils
Blanc urinaire 1	Blanc urinaire 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F2 (Keto)
Espace libre	Blanc urinaire 1 fraction F3 (Diol)
Echantillon 1	Echantillon 1 fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F2 (Kéto)
Espace libre	Echantillon 1 Fraction F3 (Diol)
...	...

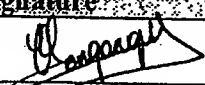
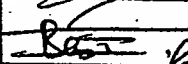
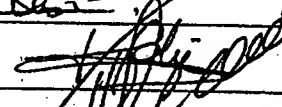
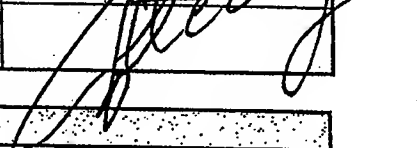
Placer les cartouches en laissant deux intervalles de libre entre chaque cartouche et cliquer ensuite sur RUN MONITOR puis sur RUN du module choisi.

**CONFIDENTIEL**

### 3 - EXTRACTION SUR CARTOUCHE :

Etape	Solvant	Recueil	Volume (ml)	Débit (ml/min)
Conditionnement colonne	MeOH	Poubelle	5	10
Conditionnement colonne	H <sub>2</sub> O	Poubelle	5	10
Chargement échantillon	Reprise CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Poubelle	2,5	4
Préparation mélange 30 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1,8 / 4,2	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 30/70	Poubelle	6	2
Préparation mélange 40 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 3,6	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 40/60	Poubelle	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	3 / 3	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	6	2
Préparation mélange 50 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	1 / 1	30
Elution F1	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 50/50	Fraction 1	2	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	4,5 / 1,5	30
Elution F2	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Fraction 2	6	2
Préparation mélange 75 %	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O	Mixer	2,4 / 0,8	30
Lavage	CH <sub>3</sub> CN-H <sub>2</sub> O 75/25	Poubelle	3,2	2
Elution F3	CH <sub>3</sub> CN	Fraction 3	4	2
Rinçage canule	H <sub>2</sub> O	Canule	2	30
Lavage	MeOH	Poubelle	2	30

<b>LNDD</b>	<b>INSTRUCTION</b>	Codification : I-EX -08 Version : C Date : 08/09/2005 3 / 3
<b>TROISIEME EXTRACTION SUR PHASE SOLIDE (SPE) POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR GC/C/IRMS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	08/09/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	08/09/2005	
vérifié par	Adeline MOLINA	08/09/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	08/09/2005	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	30/04/2002
A	Acceptation du projet passage en version A	02/10/2002
B	Révision biennale analyse d'une troisième fraction	31/08/2004
C	Elimination d'une interférence dans la fraction F1 - Changement titre pour homogénéisation	08/09/2005

**CONFIDENTIEL**



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 1/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Mode opératoire d'extraction:

M-EX-24

Echantillon :

A 825425

Sexe :

M

F

Mise à l'ambient de l'échantillon :

Date : 19/11/17

Heure : 14h20

Prise d'essai:

Volume:

36 mL

Heure:

14h40

Paraphe:

Ref

	Date	Appareil	Température en °C	Valeur lue	Paraphe
pH	19/11/17	pHmet n° : 1	20.9	5.20	Ref
Densité	19/11/17	Refract n° : 2		1.025	Ref

Blanc urinaire :

Pool 4

Densité :

1.023

Prise d'essai :

16 mL

Paraphe :

Ref

### Préparation de l'échantillon

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Première extraction	19/11/17	12h05		Rapid Trace : ATOR	Ref
	19/11/17		14h20		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Evaporation	19/11/17	14h05	15h05	Bain à sec (BSE) : 521	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	
Hydrolyse	19/11/17	15h20		Code du tampon : 1165 Toxins. 10 DLU* de la BGLu : 18.5.7 Etuve n° : 5	Ref
	19/11/17		16h10		
Deuxième extraction	19/11/17	16h20		Rapid Trace : ATOR	Ref
	19/11/17		18h20		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR.1	

\*DLU: date limite d'utilisation

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 2/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Evaporation	19/1/17	18h20	19h45	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Acétylation	19/1/17	19h50		DLU* Anhydride acétique R408	Ref
	20/1/17		9h15	DLU* Pyridine : R408 Bain à sec (BSE) : ou Température ambiante	
Evaporation	20/1/17	9h15	9h30	Bain à sec (BSE) : S21	Ref
Troisième extraction	20/1/17	9h40		Rapid Trace : R408	Ref
	20/1/17		11h05		
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Evaporation	20/1/17	11h05	11h05	Bain à sec (BSE) : T14	Ref
Stockage à 4°C				Lieu : CH-FR .1	
Ajout SI,	21/1/17	14h15		Code du SI (0,2mg/mL) : H67- 0042	Ref
Mise en vial	21/1/17		14h25		
Evaporation	20/1/17	14h30		Bain à sec (BSE) : S21	Ref
	20/1/17		16h40		
Stockage à +4°C				Lieu : CH-FR .1	

#### Analyse par CG/MS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume SI (µl)	2	2	2
Volume hexane (µl)	400	400	400

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 3/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	20/4/17	16h42			Ref
Injection CG/MS	20/4/17	16h45		MSD 12	Ref
	20/4/17		18h00		
Ajout du SI si nécessaire	20/4/17	18h05		Code du SI (200ng/μL) : H67- soul	Ref
Evaporation	20/4/17	18h10	18h15	Bain à sec (BSE) : SZ1	Ref
Stockage des vials à 4°C				Lieu : CH-FR 1	

Autres opérations (dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Analyse par GC/C/IRMS

	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Volume total SI prélevé (μl)	12	70	6
Volume final hexane (μl)	75	350	10

1

3

0

23

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-TE-03C Version : G Date : 17/01/2006 4/4
FICHE DE SUIVI DES ALIQUOTES - CONFIRMATION / CONTRE EXPERTISE EN GC/C/IRMS		

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe
Reprise par Hexane	20/4/7	18h78			Ref
Injection GC/C/IRMS	20/4/7	19h20		ISOPRIME 2	Ref

Autres opérations (concentration, dilution, réinjection...)

Opération	Date	Heure de début	Récupéré à	Identification du matériel utilisé	Paraphe

Ecart n° :

*Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation de l'échantillon*

24

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05 Version : B Date :09/05/2006 1 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

### 1. Préparation du Mix Acétate pour la GC/MS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 100 µl de la solution Mix Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 100 µl d'hexane	Pipettman réglage de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

**CONFIDENTIEL**

### 2. Préparation du Mix Cal Acétate pour la GC/C/IRMS:

<u>Opérations</u>	<u>Matériel</u>	<u>Réactif et produits</u>
Prélever 50 µl de la solution Mix Cal Acétate et transférer dans un vial à insert	Vials en verre avec insert 300µl	Solution Mix Cal Acétate (CH-Fr.1)
Evaporer à sec	Bain à sec à 60°C	Azote
Reprendre dans 50 µl d'hexane	Pipettman réglable de 100 µl Cônes Greiner	Hexane
Sertir Agiter au vortex	Capsules à sertir Vortex	

APProuvé le

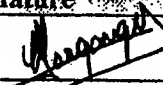
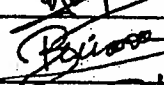
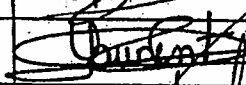
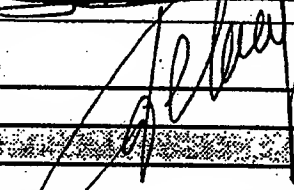
15 MAI 2006

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

25

LNDD 1233

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-EXMIX-05
		Version : B
		Date : 09/05/2006
		2 / 2
METHODE DE PREPARATION DU MIX ACETATE ET DU MIX CAL ACETATE		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	09/05/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	09/05/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	09/05/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	09/05/2006	

**EVOLUTIONS**

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	17/01/2006
B	ajout du mix cal acétate	09/05/2006

**CONFIDENTIEL**



LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-52
		Version : A Date :28/10/2005 1 / 2
ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS		

### COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732
Longueur:	30m
Diamètre interne:	0.25mm
Epaisseur du film:	0.25µm

### INJECTION

ASSURANCE QUALITÉ  
LNDD

Mode:	Splitless (insert splitless)
Température injecteur:	280°C
Volume injecté:	1µl
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane

### CONDITIONS GC:

APPLICABLE le

28 OCT. 2005

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→270°C à 30°C/min 270°C pendant 12 min 270→300°C à 10°C/min 300°C pendant 3 min
Température finale:	25.67 min
Temps d'analyse:	0.5 min
Temps d'équilibrage de la colonne:	Ajuster le SI à 10.7 min (+/-0.5min)
Pression constante:	300°C
Température de la ligne de transfert	

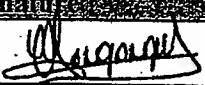
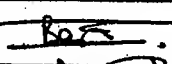
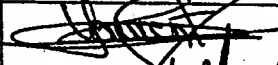
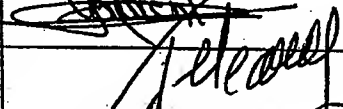
### CONDITIONS SM:

Solvent delay:	9 min
Température quad:	150°C
Température Source:	230°C
Fichier tune:	Autotune
Mode d'acquisition:	Full scan 50-550 uma

**CONFIDENTIEL**



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-52 Version : A Date : 28/10/2005 2 / 2
<b>ANALYSE GC/MS - CONFIRMATION QUALITATIVE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE ET DE SES PRECURSEURS</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	28/10/2005	

#### EVOLUTIONS

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

Sequence Name: C:\MSDChem\1\sequence\2007\Avril07\2004.S

Comment:

Operator: 26

Data Path: D:\MSD22\2007\AVRIL07\2004\

Top Pre-Seq Cmd:

Instrument Control Pre-Seq Cmd:

Data Analysis Pre-Seq Cmd:

Top Post-Seq Cmd:

Instrument Control Post-Seq Cmd:

Data Analysis Post-Seq Cmd:

Method Sections To Run

On A Barcode Mismatch

(X) Full Method

(X) Inject Anyway

( ) Reprocessing Only

( ) Don't Inject

Line		Sample Name/Misc Info
1)	Calibration	1
	Datafile	2004MixAc01
	Method	MAN_52
2)	Calibration	2
	Datafile	2004MixAc02
	Method	MAN_52
3)	Blank	3 Blu1F3 MAN_52 Blu 1 F3
4)	Sample	4 425f3 MAN_52 A 825425 F3
5)	Blank	5 Blu1F2 MAN_52 Blu 1 F2
6)	Sample	6 425f2 MAN_52 A 825425 F2
7)	Blank	7 Blu1F1 MAN_52 Blu 1 F1
8)	Sample	8 425F1 MAN_52 A 825425 F1
9)	Blank	9 Blu2F3 MAN_52 Blu 2 F3
10)	Sample	10 427f3 MAN_52 A 825427 F3
11)	Blank	11 Blu2F2 MAN_52 Blu 2 F2
12)	Sample	12 427F2 MAN_52 A 825427 F2
13)	Blank	13 Blu2F1 MAN_52 Blu 2 F1
14)	Sample	14 427F1 MAN_52 A 825427 F1

Séquence vérifiée par : 20

Remarques :

D:\MsD22\2007\Avril07\2004\2004MixAc01.D

Data File Name 2004MixAc01.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

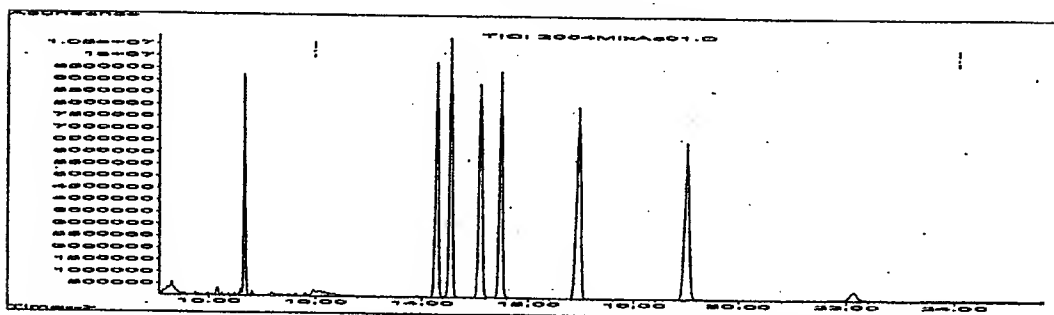
Date Acquired 4/20/2007 12:30

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Mix Ac 50

Vial Number 1

Misc Info Mix Acétate 002 50ng injecté



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.69		258	11,067,727
Etiocholanolone AC	14.30	1.339	272	18,825,488
Androsterone AC	14.57	1.364	272	31,039,631
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.416	256	18,669,368
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.451	316	23,483,844
11 KetoEtiocholanolone AC	16.98	1.589	271	23,997,600
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.05	1.783	284	22,429,591

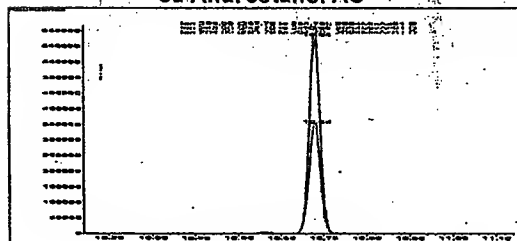
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	11,892,954	107.5
Etiocholanolone AC	257	12,266,677	65.2
Androsterone AC	257	13,633,738	43.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	16,278,907	87.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	14,721,038	62.7
11 KetoEtiocholanolone AC	191	20,377,486	84.9
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	13,001,366	58.0

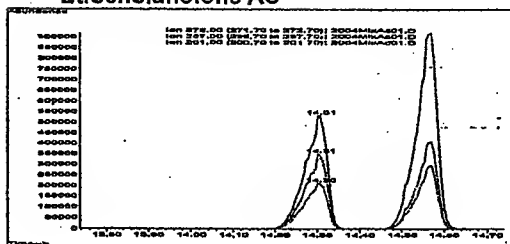
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	6,411,911	57.9
Etiocholanolone AC	201	7,794,081	41.4
Androsterone AC	218	9,864,713	31.8
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	14,720,217	78.8
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	12,186,584	51.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	13,970,419	58.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	5,990,158	26.7

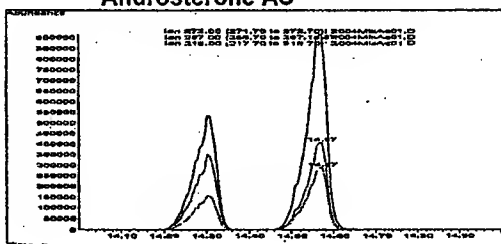
5a Androstanol AC



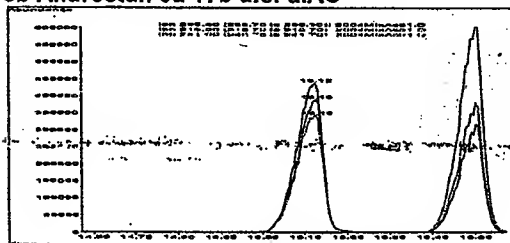
Etiocholanolone AC



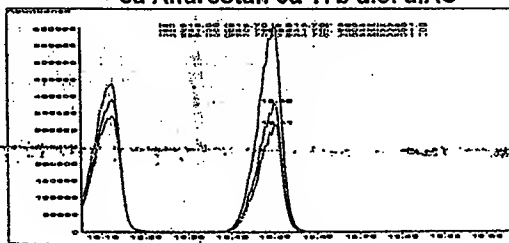
Androsterone AC



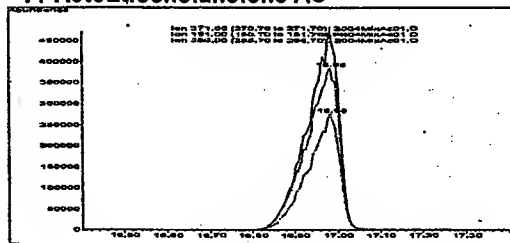
5b Androstan 3a 17b diol diAC



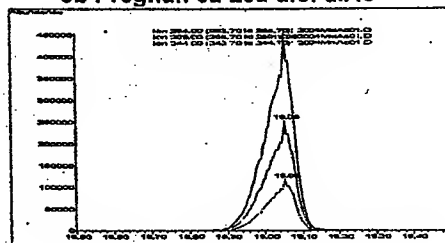
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\MsD22\2007\Avril07\2004\MixAc02.D

Data File Name 2004MixAc02.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

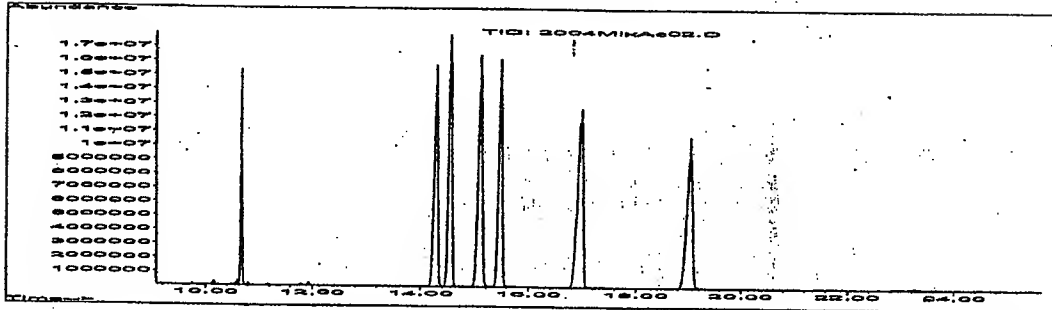
Date Acquired 4/20/2007 13:02

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Mix Ac 100

Vial Number 2

Misc Info Mix Acétate 002 100ng injecté



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	22,101,558
Etiocolanolone AC	14.31	1.341	272	38,854,788
Androsterone AC	14.58	1.366	272	65,176,527
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.13	1.417	256	39,251,208
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.51	1.453	316	50,911,040
11 KetoEtiocolanolone AC	17.01	1.594	271	50,492,412
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.07	1.787	284	48,041,412

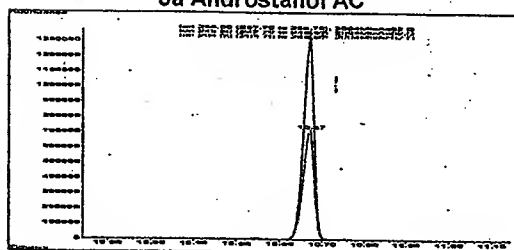
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	23,515,895	106.4
Etiocolanolone AC	257	25,110,254	64.6
Androsterone AC	257	28,748,428	44.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	34,813,101	88.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	30,641,043	60.2
11 KetoEtiocolanolone AC	191	42,675,165	84.5
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	27,596,161	57.4

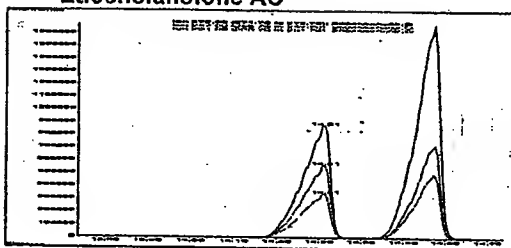
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	12,747,543	57.7
Etiocolanolone AC	201	15,453,599	39.8
Androsterone AC	218	20,331,177	31.2
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	30,404,237	77.5
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	25,769,520	50.6
11 KetoEtiocolanolone AC	286	29,773,428	59.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	12,847,788	26.7

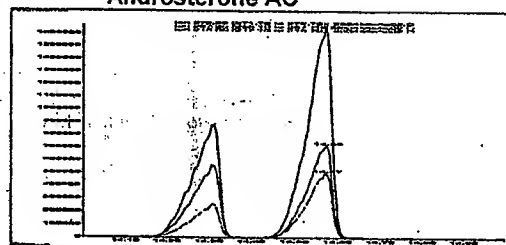
5a Androstanol AC



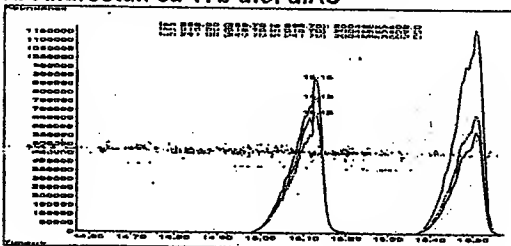
Etiocholanolone AC



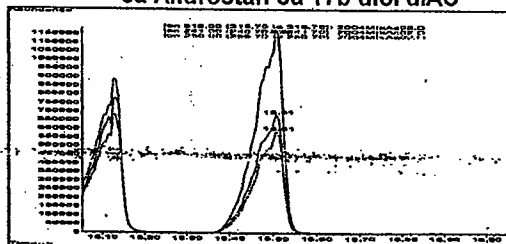
Androsterone AC



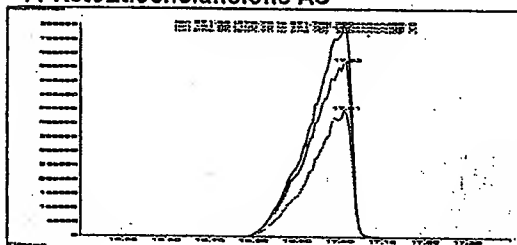
5b Androstan 3a 17b diol diAC



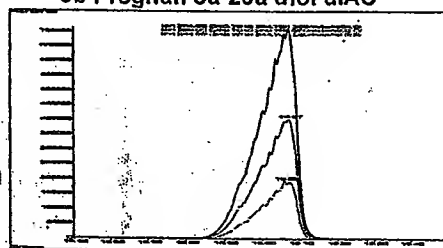
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC

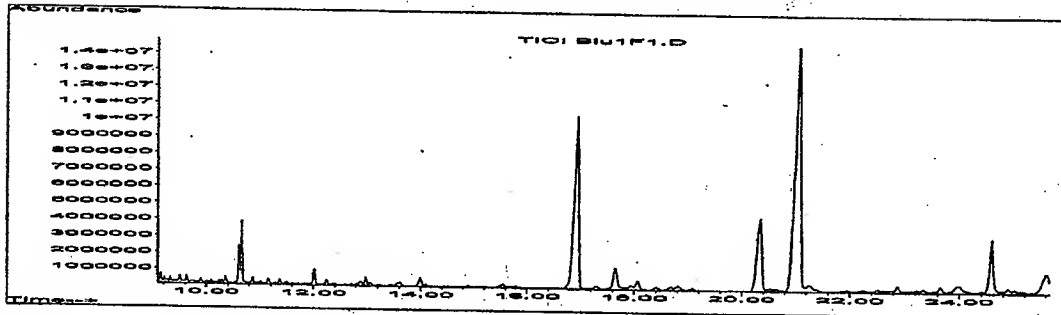


5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\2004\Blu1F1.D

Data File Name Blu1F1.D  
 Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2004\  
 Operator 26  
 Date Acquired 4/20/2007 16:53  
 Acq. Method File MAN\_52.M  
 Sample Name Blu 1 F1  
 Vial Number 7  
 Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 1 dans 100µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	4,755,558
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.96	1.591	271	32,575,677
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

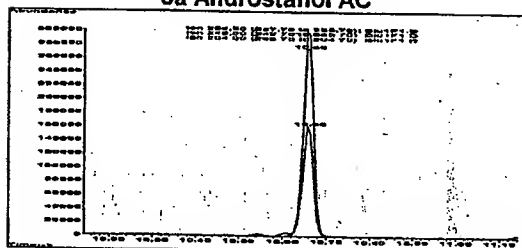
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	5,165,523	108.6
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	28,680,053	88.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

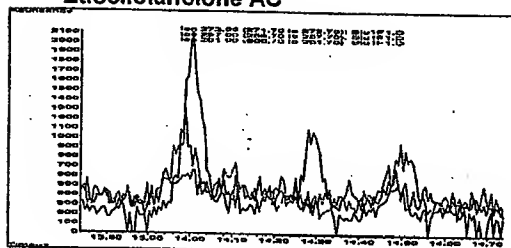
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,742,659	57.7
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	19,252,873	59.1
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

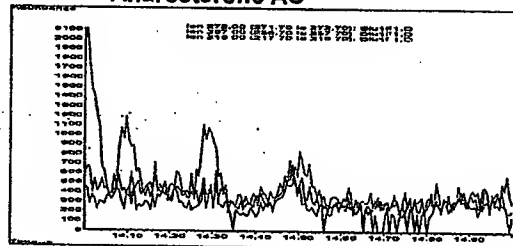
5a Androstanol AC



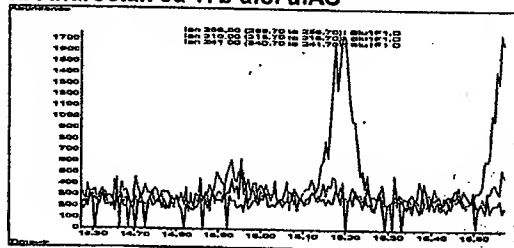
Etiocholanolone AC



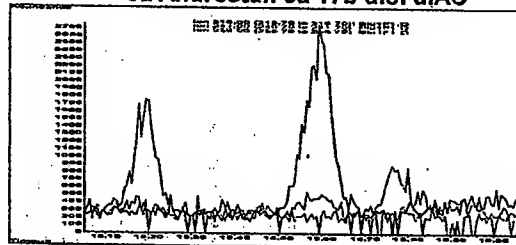
Androsterone AC



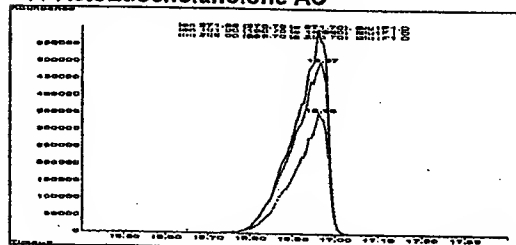
5b Androstan 3a 17b diol diAC



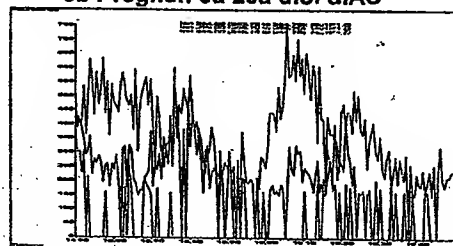
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC





D:\MsD22\2007\Avril07\2004\425F1.D

Data File Name 425F1.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

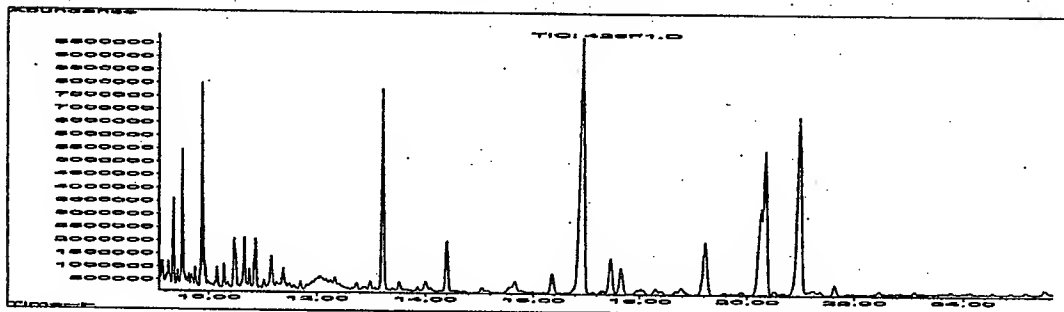
Date Acquired 4/20/2007 17:25

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name A 825425 F1

Vial Number 8

Misc Info A 825425 Fraction 1 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	2,051,248
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	16.96	1.591	271	30,287,584
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

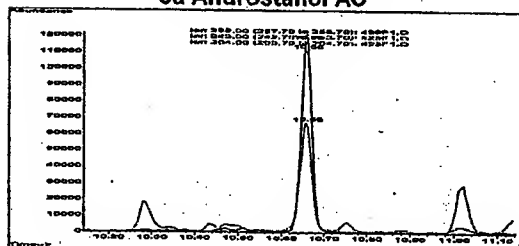
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	2,238,362	109.1
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	26,720,781	88.2
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

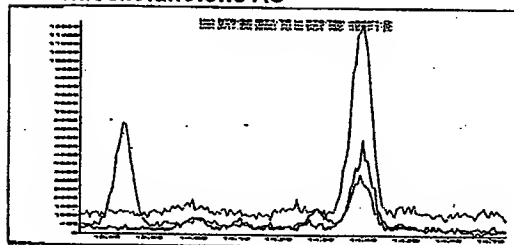
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	1,349,895	65.8
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	17,753,312	58.6
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

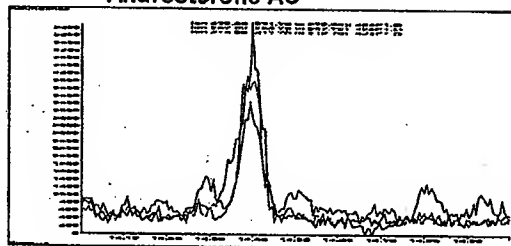
5a Androstanol AC



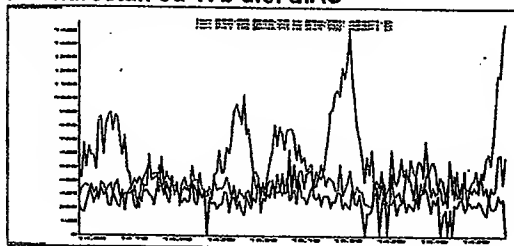
Etiocholanolone AC



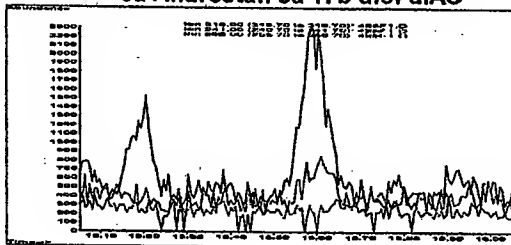
Androsterone AC



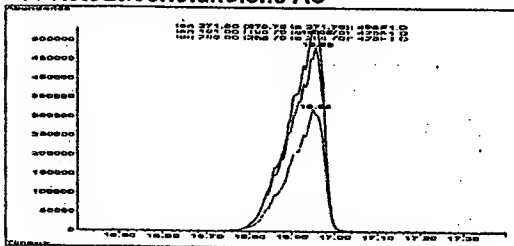
5b Androstan 3a 17b diol diAC



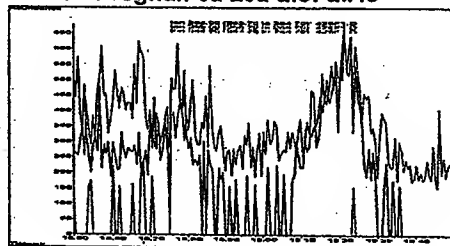
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



D:\Msd22\2007\Avril07\2004\Blu1F2.D

Data File Name Blu1F2.D

Data File Path D:\Msd22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

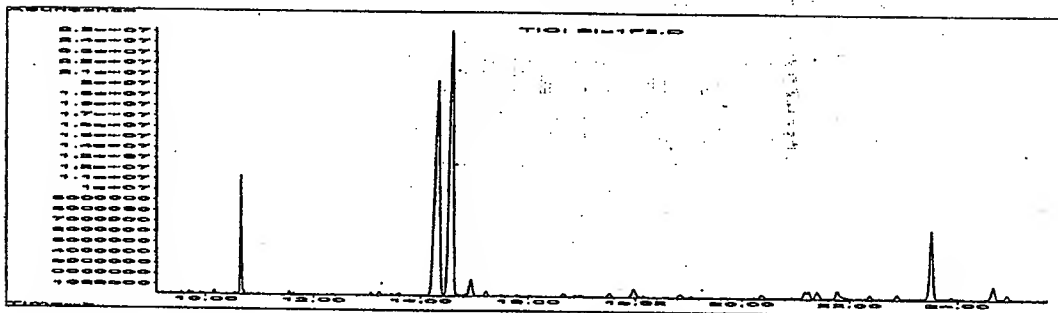
Date Acquired 4/20/2007 15:49

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 1 F2

Vial Number 5

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 2 dans 400µL



**Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)**

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	15,259,410
Etiocholanolone AC	14.35	1.345	272	63,403,033
Androsterone AC	14.62	1.371	272	127,302,651
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

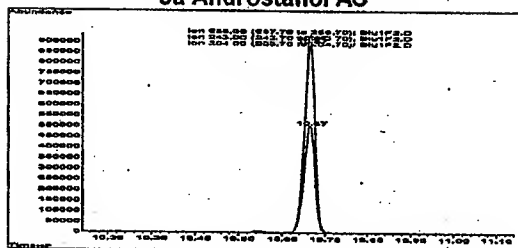
**M2 signal**

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	16,345,792	107.1
Etiocholanolone AC	257	39,932,176	63.0
Androsterone AC	257	54,583,332	42.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

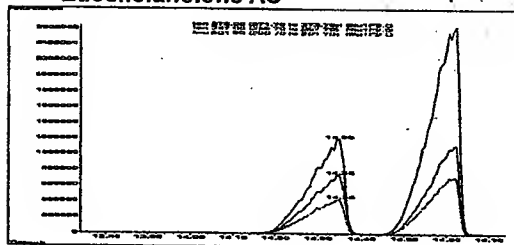
**M3 signal**

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	8,964,921	58.8
Etiocholanolone AC	201	23,860,437	37.6
Androsterone AC	218	38,099,953	29.9
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

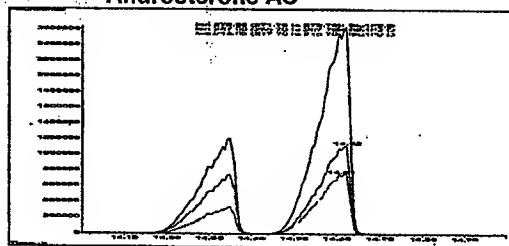
5a Androstanol AC



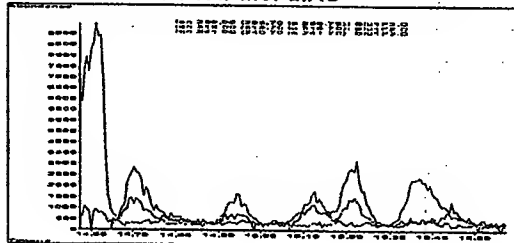
Etiochoanolone AC



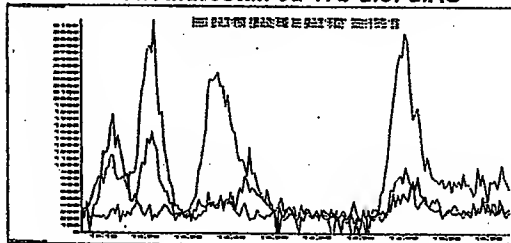
Androsterone AC



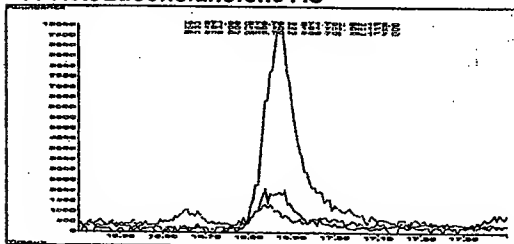
5b Androstan 3a 17b diol diAC



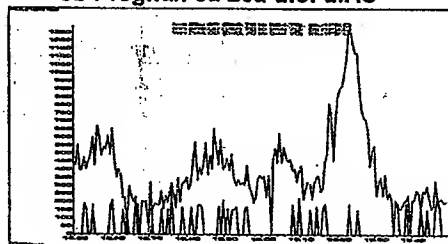
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiochoanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



Data File Name 425f2.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

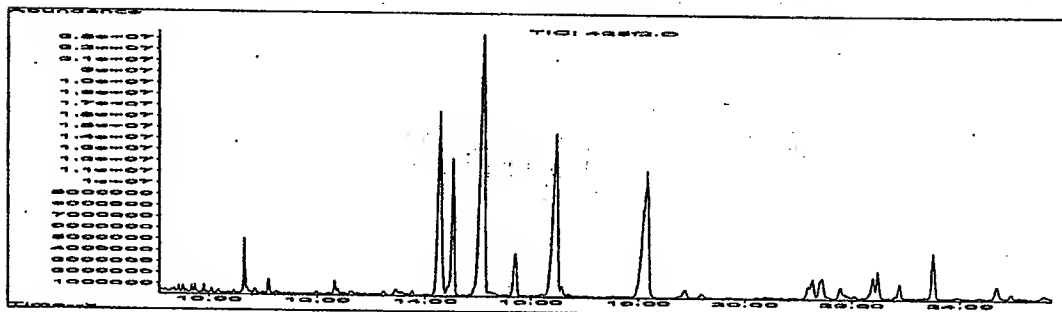
Date Acquired 4/20/2007 16:21

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name A 825425 F2

Vial Number 6

Misc Info A 825425 Fraction 2 dans 400µL

Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	6,076,360
Etiocholanolone AC	14.31	1.342	272	39,516,821
Androsterone AC	14.54	1.364	272	37,807,446
5b Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	256	0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	0.00	0.000	316	0
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	0.00	0.000	284	0

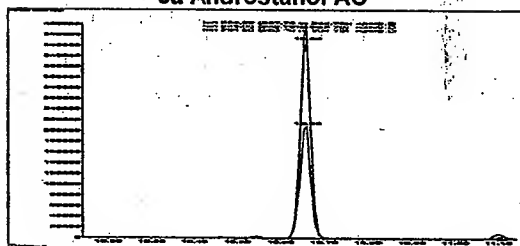
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	6,613,649	108.8
Etiocholanolone AC	257	25,014,540	63.3
Androsterone AC	257	16,303,489	43.1
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	0	0.0

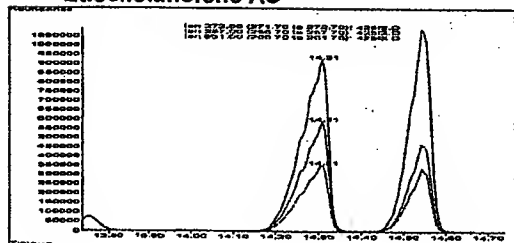
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	3,519,719	57.9
Etiocholanolone AC	201	15,505,959	39.2
Androsterone AC	218	11,725,536	31.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	0	0.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	0	0.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	0	0.0

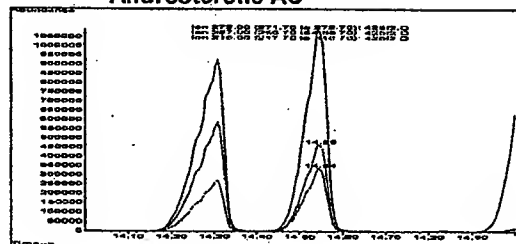
5a Androstanol AC



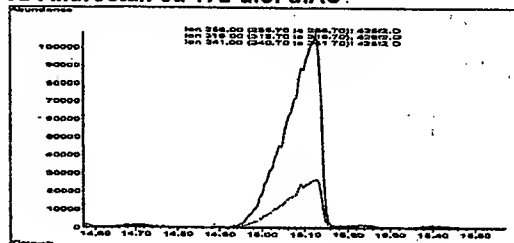
Etiocholanolone AC



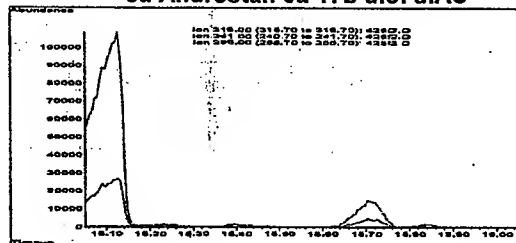
Androsterone AC



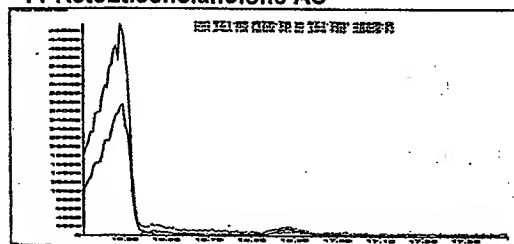
5b Androstan 3a 17b diol dIAC



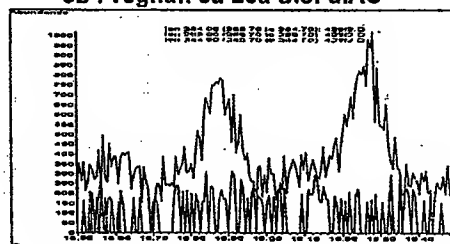
5a Androstan 3a 17b diol dIAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol dIAC



D:\Ms22\2007\Avril07\2004\Blu1F3.D

Data File Name Blu1F3.D

Data File Path D:\Ms22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

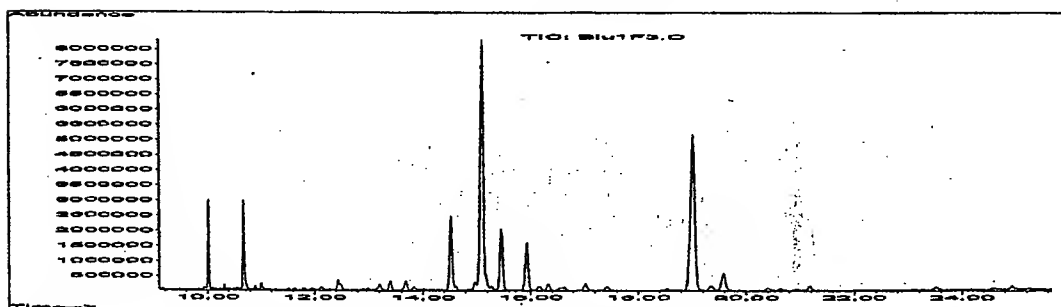
Date Acquired 4/20/2007 14:44

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name Blu 1 F3

Vial Number 3

Misc Info Blanc urinaire 1 Pool 4 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.67		258	3,749,543
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.11	1.416	256	15,729,613
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.46	1.448	316	4,340,403
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	19.03	1.783	284	17,534,062

M2 signal

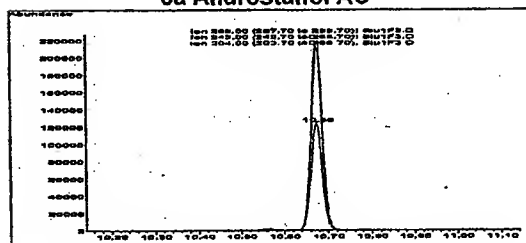
Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	4,079,990	108.8
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	13,687,066	87.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	2,810,630	64.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	10,150,434	57.9

M3 signal

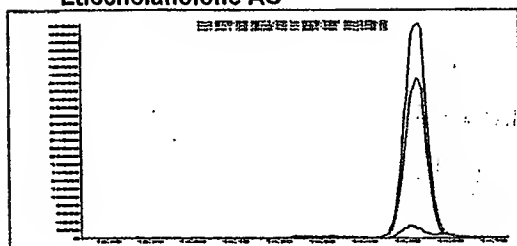
Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	2,218,676	59.2
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	12,295,747	78.2
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	2,295,808	52.9
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	4,569,328	26.1

42

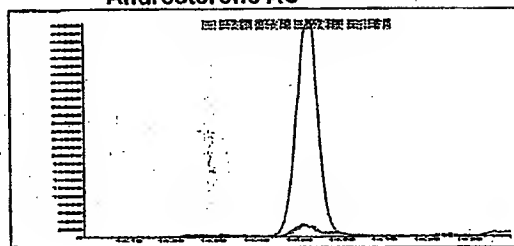
5a Androstanol AC



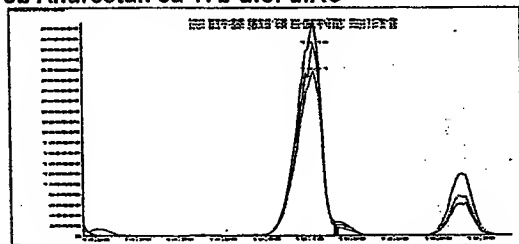
Etiocholanolone AC



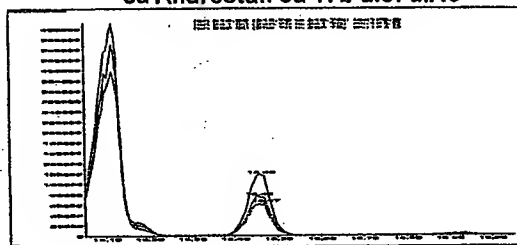
Androsterone AC



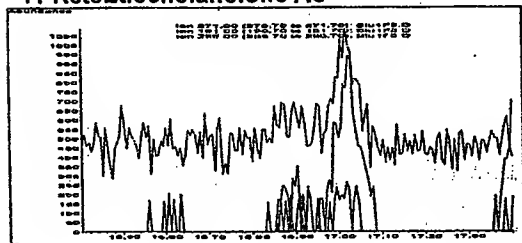
5b Androstan 3a 17b diol diAC



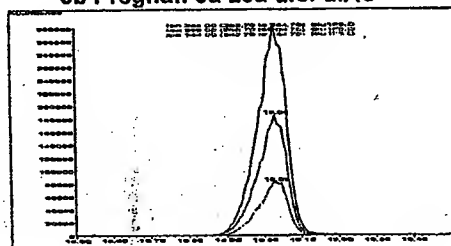
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC





D:\MsD22\2007\Avril07\2004\425f3.D

Data File Name 425f3.D

Data File Path D:\MsD22\2007\Avril07\2004\

Operator 26

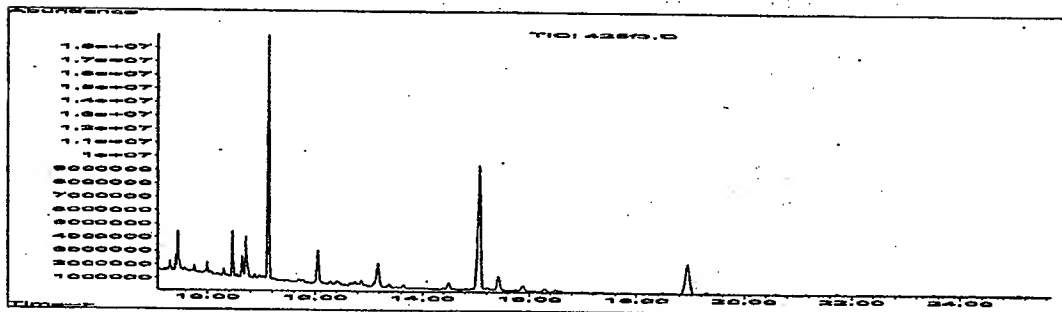
Date Acquired 4/20/2007 15:16

Acq. Method File MAN\_52.M

Sample Name A 825425 F3

Vial Number 4

Misc Info A 825425 Fraction 3 dans 100µL



Temps de rétention, temps de rétention relatif et target Signal (M1)

Name	Ret Time	Rel Ret Time	Target Signal	Target Response
5a Androstanol AC	10.66		258	844,318
Etiocholanolone AC	0.00	0.000	272	0
Androsterone AC	0.00	0.000	272	0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	15.08	1.415	256	17,029,858
5a Androstan 3a 17b diol diAC	15.42	1.447	316	2,237,542
11 KetoEtiocholanolone AC	0.00	0.000	271	0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	18.96	1.779	284	7,184,984

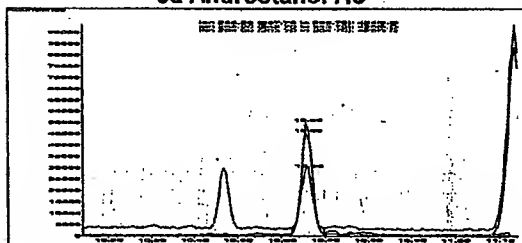
M2 signal

Name	Q1 signal	Q1 Response	Q1 Ratio
5a Androstanol AC	243	915,319	108.4
Etiocholanolone AC	257	0	0.0
Androsterone AC	257	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	316	15,325,927	90.0
5a Androstan 3a 17b diol diAC	241	1,404,383	62.8
11 KetoEtiocholanolone AC	191	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	269	4,174,453	58.1

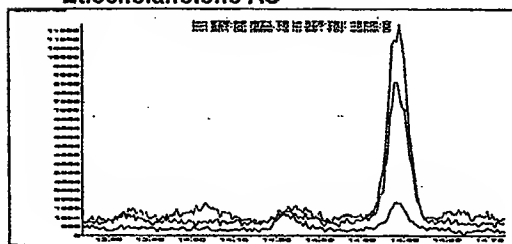
M3 signal

Name	Q2 signal	Q2 Response	Q2 Ratio
5a Androstanol AC	204	637,728	75.5
Etiocholanolone AC	201	0	0.0
Androsterone AC	218	0	0.0
5b Androstan 3a 17b diol diAC	241	13,397,237	78.7
5a Androstan 3a 17b diol diAC	256	1,140,507	51.0
11 KetoEtiocholanolone AC	286	0	0.0
5b Pregnan 3a 20a diol diAC	344	1,955,960	27.2

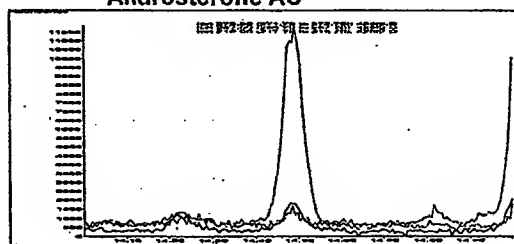
5a Androstanol AC



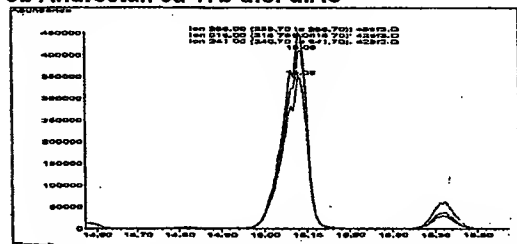
Etiocholanolone AC



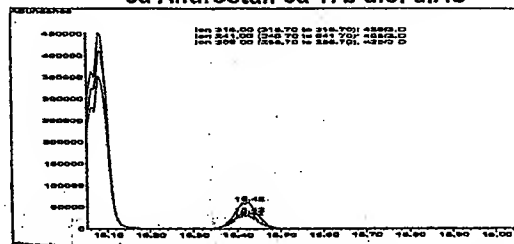
Androsterone AC



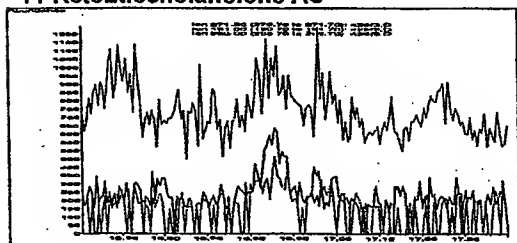
5b Androstan 3a 17b diol diAC



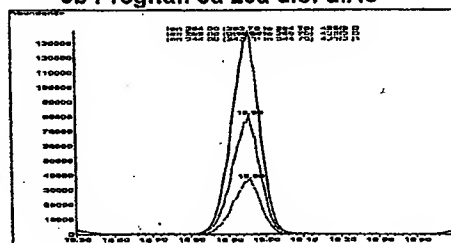
5a Androstan 3a 17b diol diAC



11 KetoEtiocholanolone AC



5b Pregnan 3a 20a diol diAC



45

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-11C Version : A Date : 21/03/2007 1/1
		<b>VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CG/SM EN VUE D'UNE CONFIRMATION IRMS</b>

Appareil : 115022

Date : 20/4/17

### 1 - Source d'ionisation et étanchéité du système

MSD Ion 69 ou 219 majoritaire  
Abondance de l'ion 502 > 3%  
18/69 (H2O), 28/69(N2), 32/69(O2), 44/69 (CO2) < 10%

Oui	Non	Code op
✓		20
✓		20
✓		20

Observations :

### 2- Conformité du Mix

	Fichier	Oui	Non	Code op
Mix	2004 N x A c s 1	✓		20
Mix	2004 N x A c s 2	✓		20
Mix				
Mix				
Mix				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				
Ref				

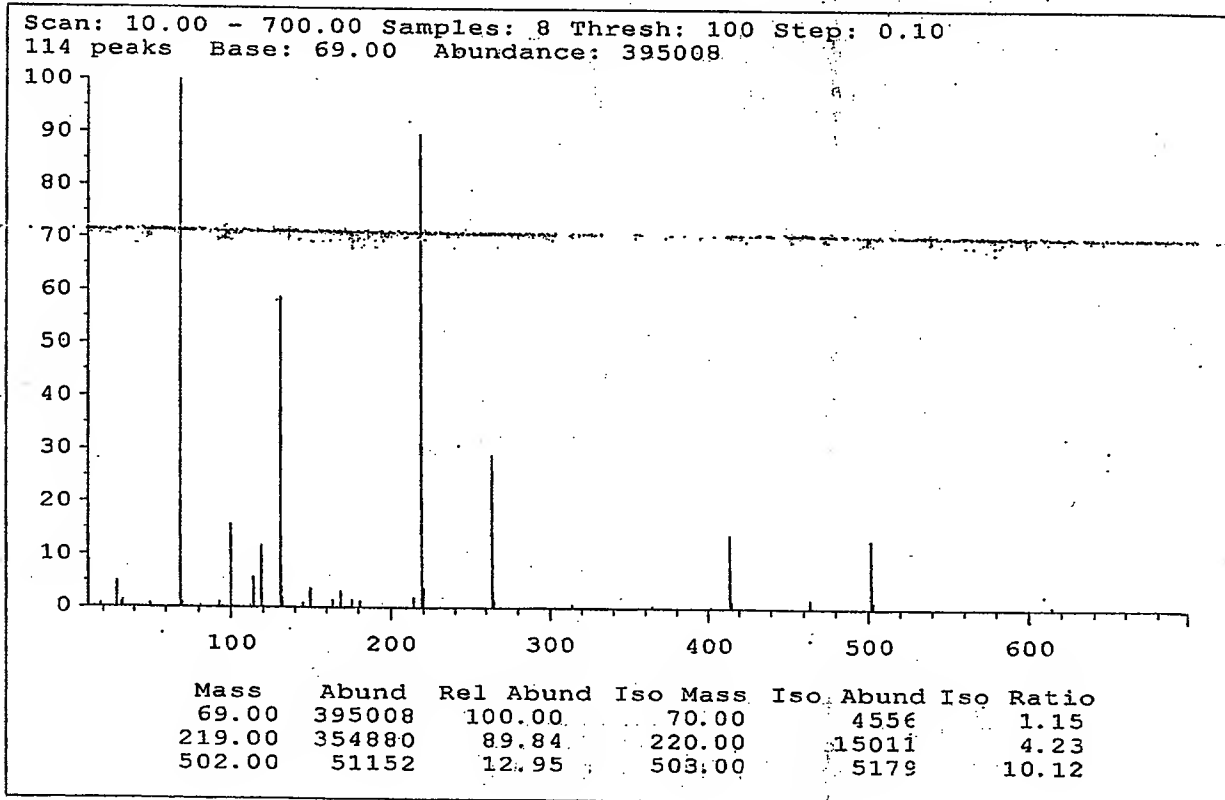
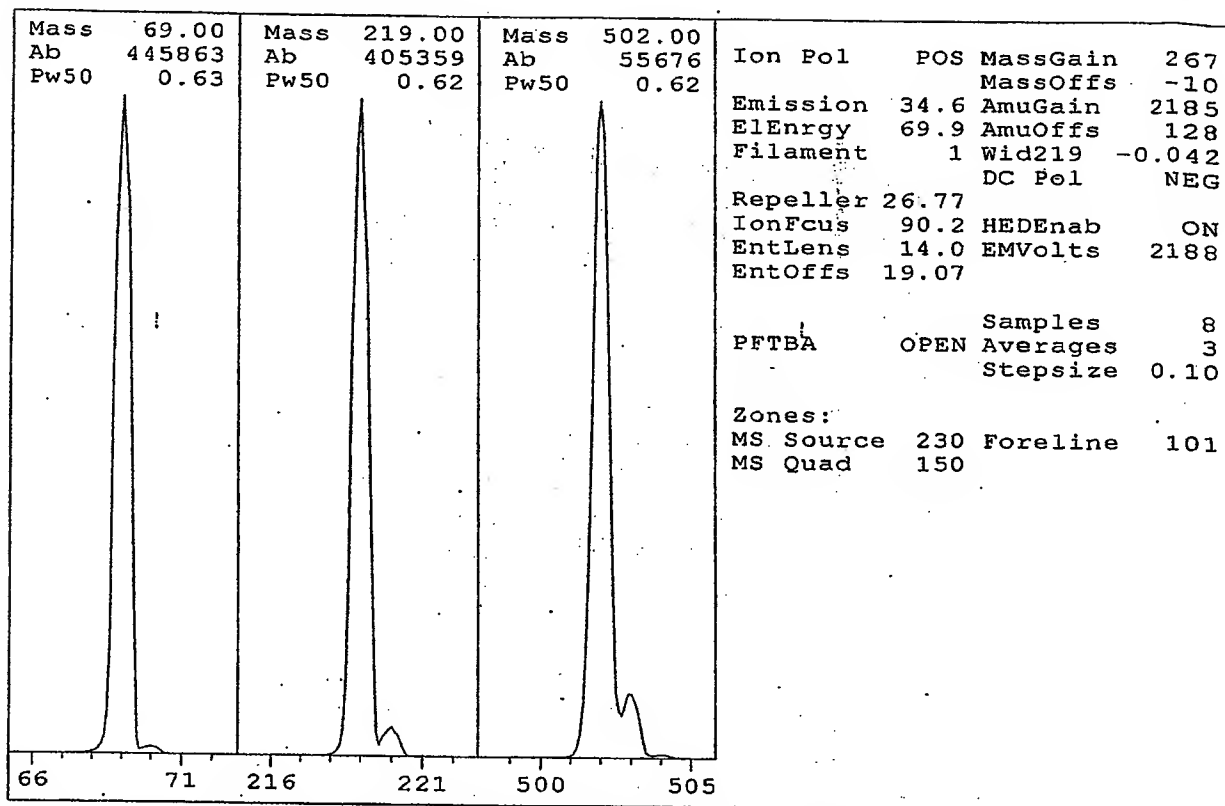
Observations éventuelles du responsable :

Cet enregistrement est à archiver dans le classeur C-MA-Ech de l'appareil

Fri Apr 20 12:24:23 2007  
C:\MSDCHEM\1\5973N\ATUNE.U

5973 Autotune

Instrument: MSD22



47

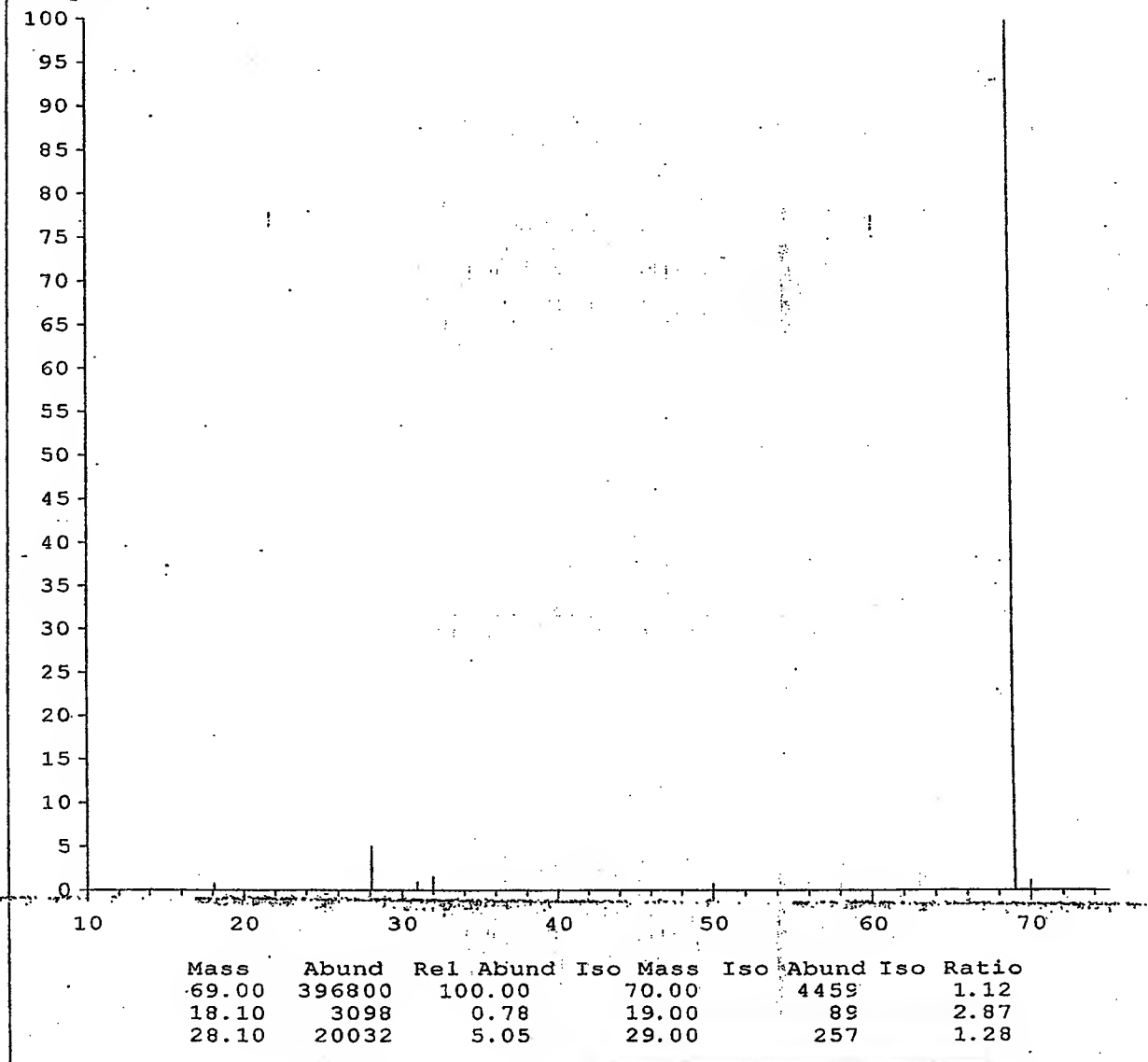
# 5973 Air and Water Check

Instrument: MSD22

Fri Apr 20 12:25:44 2007

C:\MSDCHEM\1\5973N\

Scan: 10.00 - 75.00 Samples: 8 Thresh: 0 Step: 0.10  
69 peaks Base: 69.00 Abundance: 396800



Current Params used: ATUNE.U

Relative abundances:

18/69 = 0.78	Water%
28/69 = 5.05	Nitrogen%
32/69 = 1.56	Oxygen%
44/69 = 0.11	Carbon Dioxide%
28/18 = 646.61	Nitrogen/Water%

48

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			1/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Echantillon : A 825425

Tolérances fixées par l'AMA ( document : WADA Technical Document - TD2003IDCR )

Tolérances sur le tr et le trr : +/-1% ou +/- 0,2 min (prendre la plus faible des deux)

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Pour les abondances relatives

> 50%	il est admis	+/- 10% (en absolu ) de variation
25 <ab< 50%		+/- 20% (en relatif)
< 25%		+/- 5% (en absolu)

Calcul des abondances en :      Tabulation:       Surface: X      Hauteur:

Standard Interne:

	Mix	Fraction F1	Fraction F2	Fraction F3
Tr (min)	10,69	10,66	10,66	10,66
Fichier	2004MixAc01	425f1	425f2	425f3

Substance caractérisée : 11 Kétoéthiocholanolone AC

Fichier : 425f1

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	16,98	1,589	100	84,9	58,2	16,96	1,591	100	88,2	58,6
Tolérance basse	16,81	1,573		74,9	48,2					
Tolérance haute	17,15	1,605		94,9	68,2					

Concordance des Tr :      oui X      non

Concordance des Trr :      oui X      non

Concordance globale des abondances relatives :      oui X      non

Substance caractérisée : Etiocolanolone AC

Fichier : 425f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,30	1,339	100	65,2	41,4	14,31	1,342	100	63,3	39,2
Tolérance basse	14,16	1,326		55,2	33,1					
Tolérance haute	14,44	1,352		75,2	49,7					

Concordance des Tr :      oui X      non

Concordance des Trr :      oui X      non

Concordance globale des abondances relatives :      oui X      non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			2/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Androstérone AC

Fichier :

425f2

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	14,57	1,364	100	43,9	31,8	14,54	1,364	100	43,1	31,0
Tolérance basse	14,42	1,350		35,1	25,4					
Tolérance haute	14,72	1,378		52,7	38,2					

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

425f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,13	1,416	100	87,2	78,8	15,08	1,415	100	90,0	78,7
Tolérance basse	14,98	1,402		77,2	68,8					
Tolérance haute	15,28	1,430		97,2	88,8					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5a Androstane-3a,17b-diol diAC

Fichier :

425f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	15,51	1,451	100	62,7	51,9	15,42	1,447	100	62,8	51,0
Tolérance basse	15,35	1,436		52,7	41,9					
Tolérance haute	15,67	1,466		72,7	61,9					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

Substance caractérisée :

5b Prégnane-3a,20a-diol diAC

Fichier :

425f3

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
	19,05	1,783	100	58,0	26,7	18,96	1,779	100	58,1	27,2
Tolérance basse	18,86	1,765		48,0	21,4					
Tolérance haute	19,24	1,801		68,0	32,0					

Concordance des Tr :

oui

X

non

Concordance des Trr :

oui

X

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

X

non

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification :	E-FCR-09
		Version :	B
		Date :	20/09/2006
			3/3
FICHE D'ANALYSE / RESULTAT ANALYSE QUALITATIVE GC/MS POUR CONFIRMATION GC/C/IRMS			

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

Substance caractérisée :

Fichier :

	Mix					Echantillon				
	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)	Tr (min)	Trr	M1 (%)	M2 (%)	M3 (%)
			100					100		
Tolérance basse										
Tolérance haute										

Concordance des Tr :

oui

non

Concordance des Trr :

oui

non

Concordance globale des abondances relatives :

oui

non

Paraphe et code opérateur :

Partie à remplir par le responsable :

Caractérisation formelle de tous les analytes :

oui

☒

non

☐

Paraphe et code opérateur :

Date:

Observations :

Cet enregistrement est à archiver dans le dossier de confirmation de l'échantillon





LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 1 / 2
MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI		

### COLONNE

Type:	DB17-MS JW Scien 122.4732	
Longueur:	30m	
Diamètre interne:	0.25mm	
Epaisseur du film:	0.25µm	ASSURANCE QUALITÉ LNDD

### INJECTION

Mode:	Splitless (insert splitless)	
Température injecteur:	280°C	
Volume injecté:	1µl-4µl	
Solvants de rinçage ALS:	Solvant A: Acétonitrile Solvant B: Hexane	APPLICABLE le

### CONDITIONS GC

Température initiale:	70°C pendant 1 min
Gradient de température:	70→271°C à 30°C/min 271°C→281°C à 0.6°C/min 281°C pendant 3 min 281→300°C à 5°C/min 300°C pendant 5 min
Température finale:	45 min
Temps d'analyse:	Ajuster le SI à environ 870s
Pression constante:	

### INTERFACE

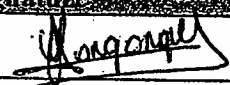
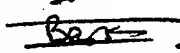

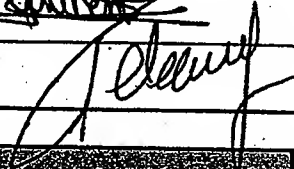
Piège à eau:	-100°C
Ligne de transfert:	350°C
Four à combustion:	850°C

**CONFIDENTIEL**

### CONDITIONS SM

Mode d'acquisition:	ions 44, 45 et 46
Programmation de l'acquisition:	Temps d'acquisition total:2580s à 100s RG open à 130s RG close à 160s RG open à 190s RG close à 220s RG open à 250s RG close à 750s HS close à 2000s HS open à 2400s RG open à 2430s RG close à 2460s RG open à 2490s RG close à 2510s RG open à 2540s RG close

<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN -41 Version : B Date :28/10/2005 2 / 2
<b>MODE OPERATOIRE D'ANALYSE POUR LA CONFIRMATION DE L'ORIGINE DES METABOLITES DE LA TESTOSTERONE PAR CPG/C/SMRI</b>		

Achdt	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	28/10/2005	
vérifié par	Caroline BASTIEN	28/10/2005	
vérifié par	Aurélie LAURENT	28/10/2005	
approuvé par	Jacques DE CEARRIZ	28/10/2005	

EVOLUTIONS		
N° Version	Motif	Date
1	Création du document.	27/05/2002
A	Acceptation du projet après conversion du tr du SI en seconde, création de la version A	14/10/2002
B	Révision biennale	28/10/2005

**CONFIDENTIEL**

<b>a f l d</b> Département des analyses	ENREGISTREMENT	Codification : E-INFO Version : D Date : 05/10/2006 1/1
		<b>COMPLEMENT TRANSITOIRE D'UN DOCUMENT QUALITE</b>

Cet enregistrement n'est à utiliser que si la modification est **URGENTE** et majeure et/ou conséquente et/ou applicable à plusieurs documents

Référence(s) du(des) document(s) qualité concerné(s) : **N-AN-41 (Vers. B)**

Durée d'application de la modification:

☐ TEMPORAIRE, date de début d'application : ..... date de fin d'application:

☒ DEFINITIVE (modification à apporter dans la prochaine version du(des) doc. concerné(s))

date de début d'application: **15.10.07**

Modification apportée :

**CONFIDENTIEL**

- Pour analyser la Testosterone xule, modification des conditions Sn au niveau de la programmation de l'acquisition (N-AN41B pour l'instrument) :

100 RG open	2430 RG close
130 RG close	2460 RG open
160 RG open	2490 RG close
190 RG close	2510 RG open
220 RG open	
250 RG close	
750 HS close	
1150 HS open	
1300 HS close	
2000 HS open	

ASSURANCE QUALITÉ  
a f l d  
Département des Analyses

VISA DU RESPONSABLE TECHNIQUE:

*[Signature]*

Identification par un NUMERO. **95**  
et validation de cet enregistrement par l'Assurance Qualité (tampon)

L'original de cet enregistrement est à archiver vivant à l'Assurance Qualité

54

Sample List C:\Masslynx Projects\controls2007.PRO\SampleDB\2004.spl  
 Printed: Sat Apr 21 08:52:02 2007

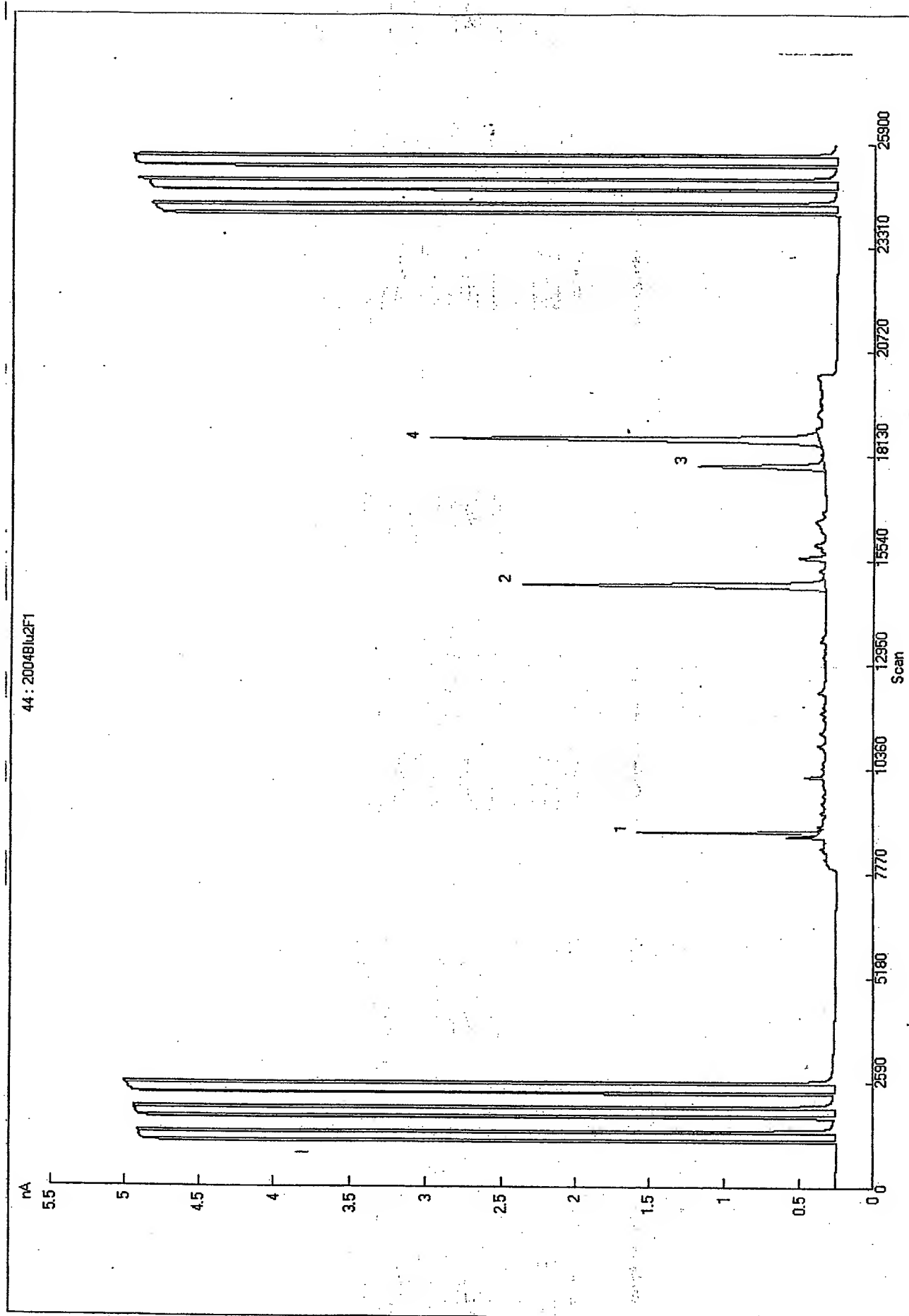
Page Position: (1, 1)

File Name	File Text	MS File	Inlet File	Bottle	Inject Volume	Process	Process Options
1 2004stabilite1	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	—
2 2004stabilite2	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	—
3 2004stabilite3	test de stabilite	Co2 stab	Do Nothing	1	0.000	IsoPrimeDP	—
4 2004MixCalIRMS01	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	—
5 2004MixCalIRMS02	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	—
6 2004MixCalIRMS03	test de performance Mix Cal IRMS 005	M-AN38B	M-AN38b	1	10.000	IsoPrimeDP	—
7 2004MixCalAcetate01	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	—
8 2004Blu1F3	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 3/45ul	M-AN41	M-AN41	3	30.000	IsoPrimeDP	—
9 2004856F3	A 993856 F3/15ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	—
10 2004856F3-2	A 993856 F3/15ul	M-AN41	M-AN41	4	30.000	IsoPrimeDP	—
11 2004Blu1F2	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 2/750ul	M-AN41	M-AN41	5	20.000	IsoPrimeDP	—
12 2004856F2	A 993856 F2/470ul	M-AN41	M-AN41	6	20.000	IsoPrimeDP	—
13 2004Blu1F1	Blanc urinaire 1 pool 4 Fraction 1/65ul	M-AN41	M-AN41	7	10.000	IsoPrimeDP	—
14 2004856F1	A 993856 F1/20ul	M-AN41	M-AN41	8	30.000	IsoPrimeDP	—
15 2004Blu2F3	Blanc urinaire 2 Pool4 F3/45ul	M-AN41	M-AN41	9	30.000	IsoPrimeDP	—
16 2004425F3	A 825425 F3/20ul	M-AN41	M-AN41	10	30.000	IsoPrimeDP	—
17 2004Blu2F2	Blanc urinaire 2 Pool4 F2/750ul	M-AN41	M-AN41	11	20.000	IsoPrimeDP	—
18 2004425F2	A 825425 F2/350ul	M-AN41	M-AN41	12	30.000	IsoPrimeDP	—
19 2004Blu2F1	Blanc urinaire 2 Pool4 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	13	10.000	IsoPrimeDP	—
20 2004425F1	A 825425 F1/75ul	M-AN41	M-AN41	14	10.000	IsoPrimeDP	—
21 2004MixCalAcetate02	Calibration Mix Cal Acetate 001C	M-AN41	M-AN41	2	10.000	IsoPrimeDP	—

Séquence vérifiée par : ..... 49/28 .....

Remarques : .....

55



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu2F1.raw	Acquisition Date: 20/4/07 21:20
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp1	Injection Volume: 10
Line: 19	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 Pool4 F1/75uL	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:	
Ratio 1: 13C      -38.3	
Ratio 2: 18O      -20	
Molecular delta	
Label:      Value:	
delta 45      -34.63	
delta 48      -20.06	
wrt: PDB	
PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.64	127.3	1.1677E-02	3.8138E-03
2	4.86	187.2	1.1677E-02	3.8133E-03
3	4.72	247.2	1.1678E-02	3.8123E-03
8	4.55	2427.3	1.1678E-02	3.8119E-03
9	4.59	2487.3	1.1678E-02	3.8135E-03
10	4.69	2547.3	1.1678E-02	3.8137E-03

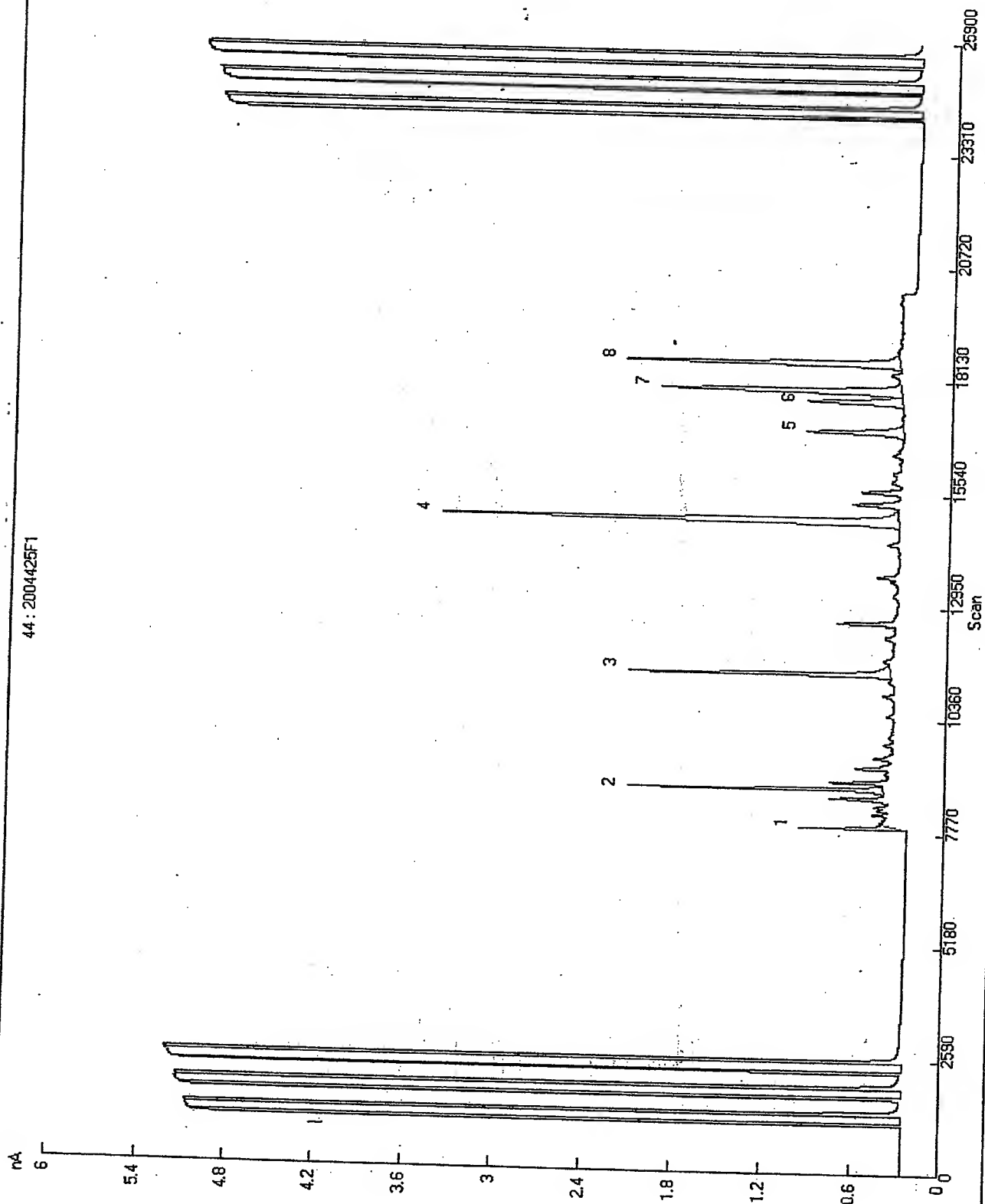
Mean: 1.1678E-02    3.8131E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.23

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.3	4.64	5.4295E-09	1.1729E-02	4.41	-30.78	3.7006E-03	-29.50	-48.96	-19.60
2	187.2	4.86	1.9072E-08	1.1789E-02	10.39	-24.62	3.7021E-03	-29.10	-48.57	-19.21
3	247.2	4.72	7.9449E-09	1.1788E-02	9.47	-25.57	3.7012E-03	-29.33	-48.79	-19.44
4	1859.0	2.81	2.7862E-08	1.1796E-02	10.13	-24.90	3.7018E-03	-29.18	-48.85	-19.29

5.7

44:2004425F1



58



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004425F1.raw	Acquisition Date: 20/4/07 22:05
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 20	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825425 F1/75uL	

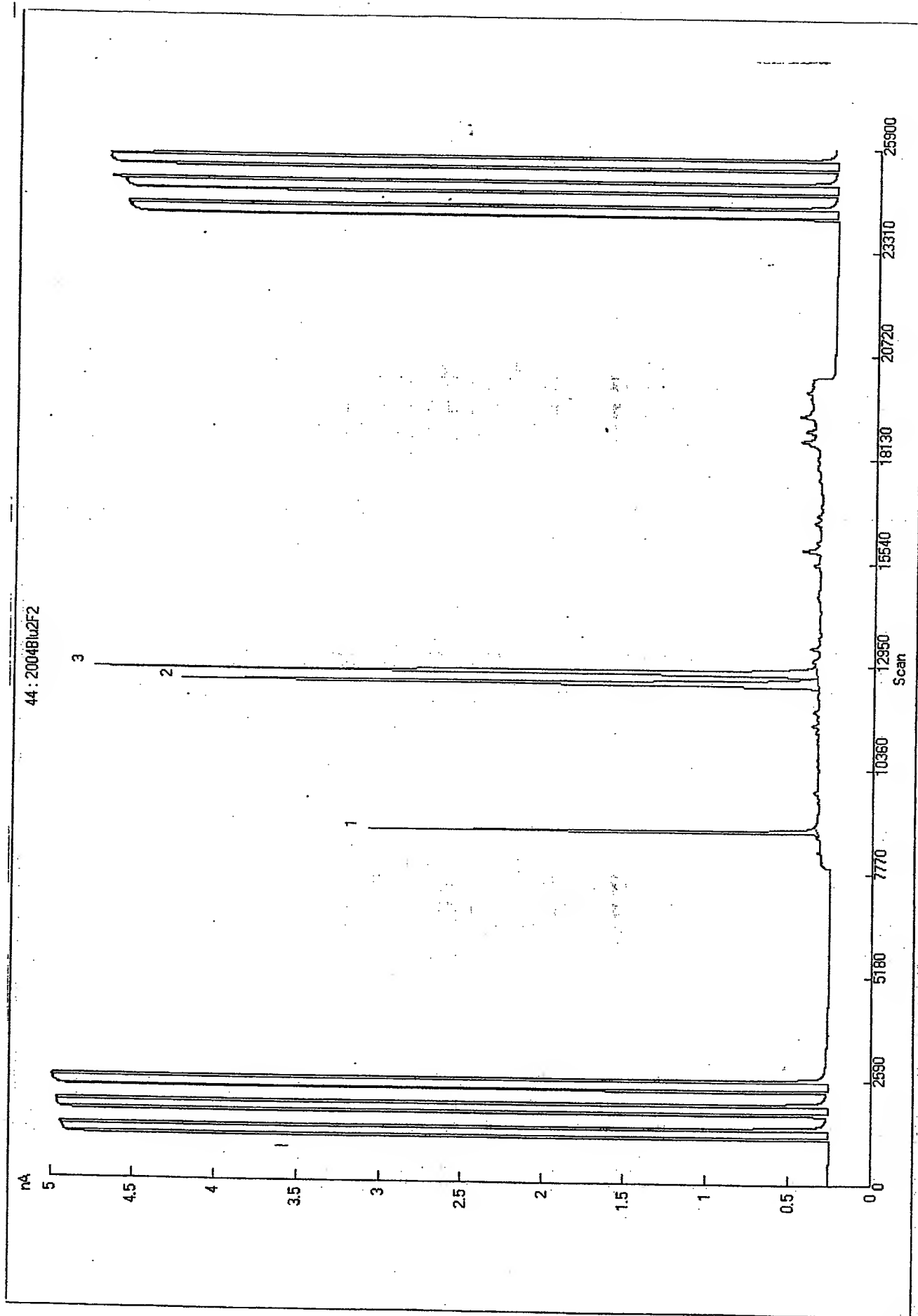
Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2                      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-36.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.78	127.5	1.1678E-02	3.8137E-03
2	4.88	187.3	1.1678E-02	3.8121E-03
3	4.82	247.4	1.1679E-02	3.8107E-03
12	4.68	2427.5	1.1679E-02	3.8118E-03
13	4.70	2487.4	1.1679E-02	3.8132E-03
14	4.80	2547.4	1.1678E-02	3.8132E-03

Mean: 1.1678E-02    3.8125E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.32

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	791.2	0.66	2.8139E-09	1.1444E-02	-20.04	-56.00	3.7025E-03	-28.82	-48.22	-18.85
2	880.7	0.74	7.3875E-09	1.1724E-02	3.80	-31.32	3.7027E-03	-28.77	-48.23	-18.86
3	1144.7	1.75	1.2303E-08	1.1679E-02	0.03	-35.32	3.7091E-03	-28.89	-48.14	-18.77
4	1497.9	2.08	3.0886E-08	1.1810E-02	11.23	-23.72	3.7020E-03	-28.98	-48.45	-19.09
5	1899.4	0.65	6.9247E-09	1.1725E-02	4.01	-31.18	3.6992E-03	-29.74	-49.18	-19.84
6	1769.2	0.64	6.8228E-09	1.1851E-02	-2.32	-37.71	3.6997E-03	-29.80	-49.03	-19.68
7	1795.0	1.81	1.6661E-08	1.1800E-02	10.41	-24.60	3.7014E-03	-29.15	-48.61	-19.26
8	1857.2	1.83	1.7744E-08	1.1802E-02	10.58	-24.43	3.7012E-03	-29.21	-48.67	-19.31



60

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004Blu2F2.raw	Acquisition Date: 20/04/07 19:51
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 20
Line: 17	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 Pool4 F2/750uL	

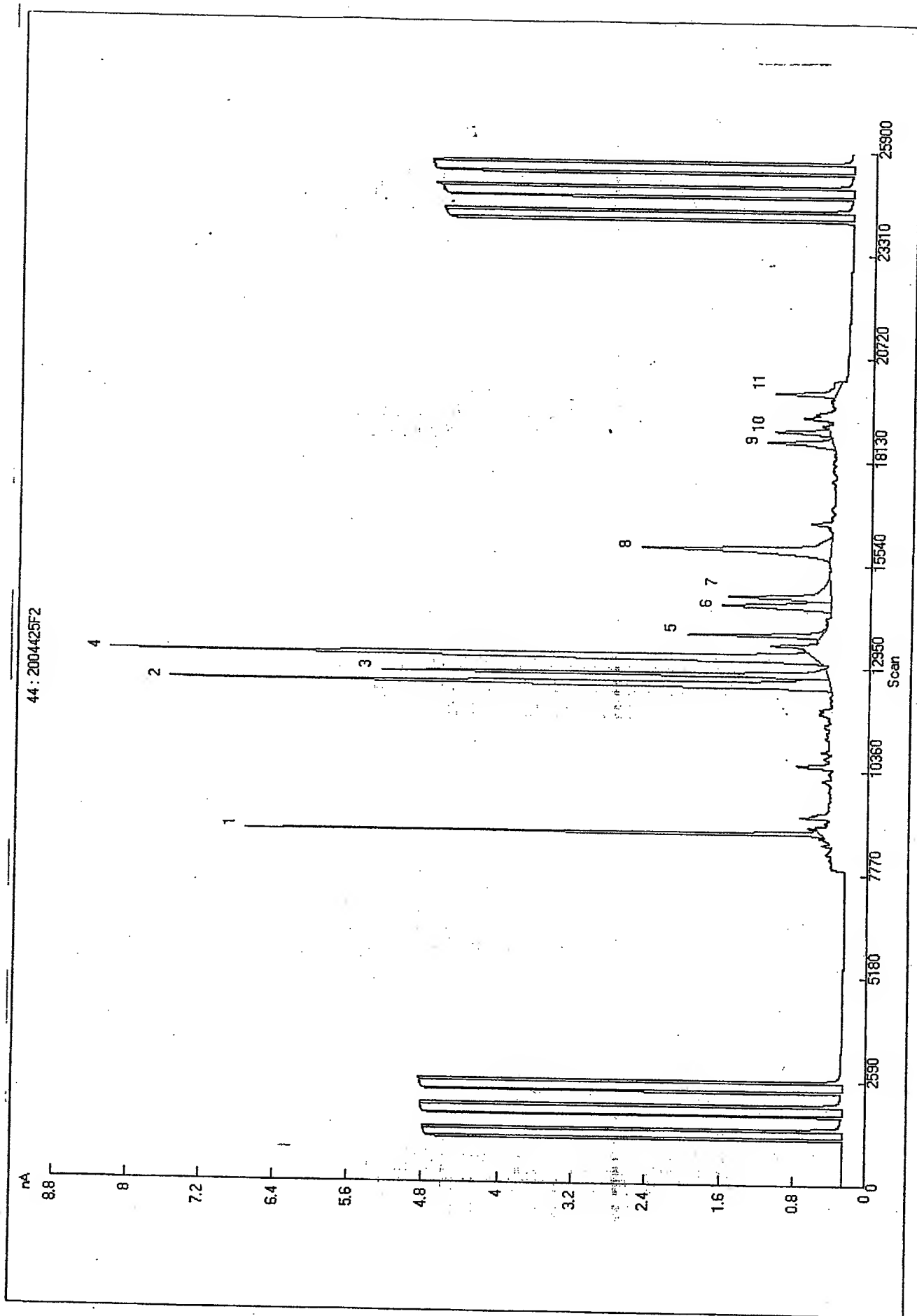
Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:		Molecular delta	
Ratio 1: 13C	-38.3	Label:	Value:	wrt:	
		delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.66	127.4	1.1679E-02	3.8132E-03
2	4.70	187.2	1.1678E-02	3.8124E-03
3	4.72	247.3	1.1679E-02	3.8116E-03
7	4.31	2427.1	1.1678E-02	3.8104E-03
8	4.34	2487.0	1.1678E-02	3.8132E-03
9	4.44	2547.0	1.1678E-02	3.8141E-03

Mean: 1.1678E-02    3.8125E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.38

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.4	4.66	1.2940E-08	1.1734E-02	4.78	-30.40	3.7002E-03	-29.45	-48.90	-19.55
2	187.2	4.70	3.2313E-08	1.1791E-02	9.68	-25.36	3.7019E-03	-29.00	-48.47	-19.10
3	247.3	4.72	3.5543E-08	1.1801E-02	10.48	-24.54	3.7023E-03	-28.90	-48.37	-19.00



62

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004425F2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 20:38
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 30
Line: 18	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825425 F2/350uL	

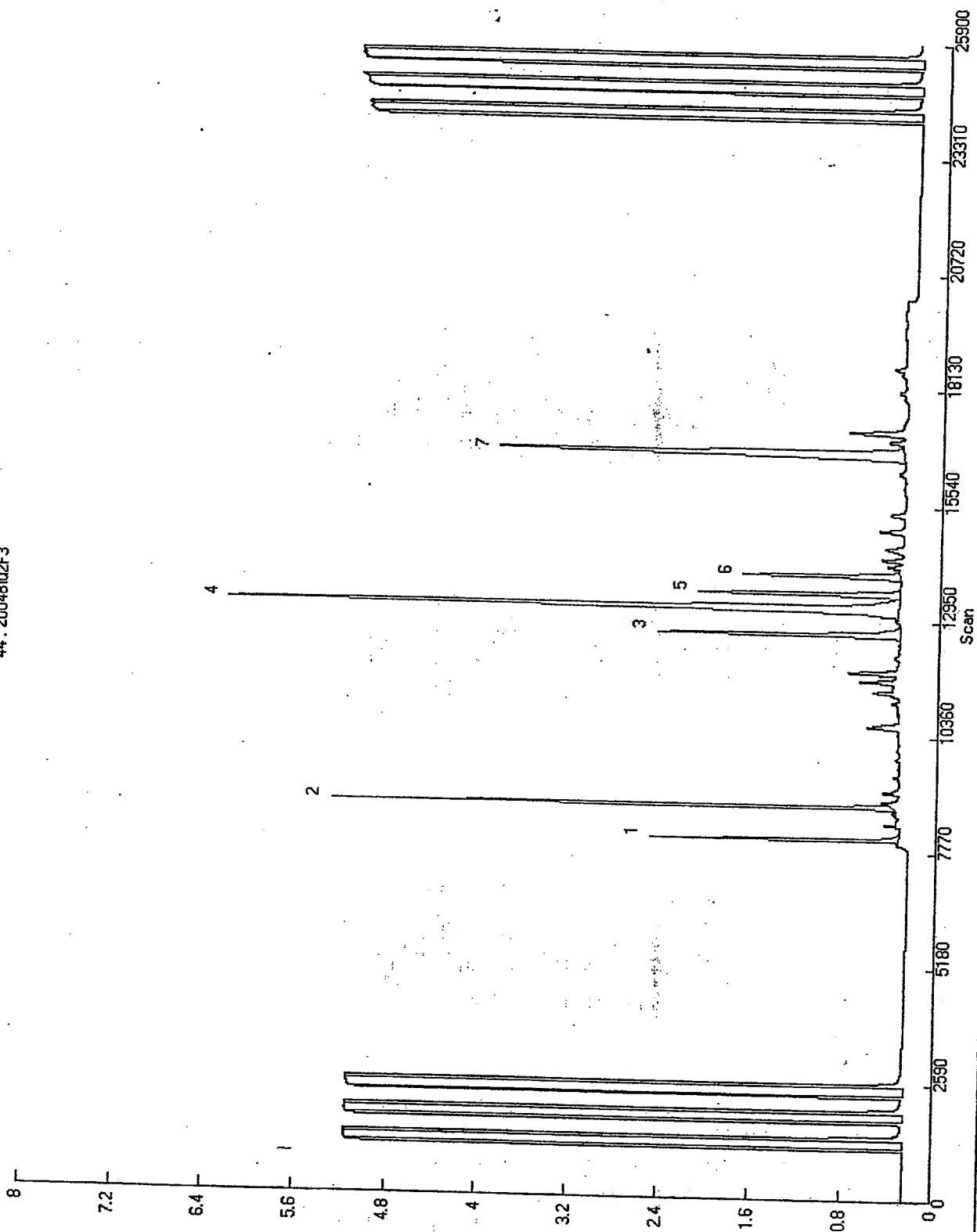
Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label: Value:	
Ratio 1: 13C -38.3	
Ratio 2: 18O -20	
Molecular delta	
Label: Value:	
delta 45 -34.63	
delta 48 -20.06	
wrt: PDB	
PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.52	127.2	1.1678E-02	3.8141E-03
2	4.55	187.1	1.1678E-02	3.8132E-03
3	4.57	247.1	1.1678E-02	3.8128E-03
15	4.41	2427.2	1.1678E-02	3.8113E-03
18	4.45	2487.1	1.1678E-02	3.8137E-03
17	4.56	2547.1	1.1678E-02	3.8140E-03

Mean: 1.1678E-02 3.8132E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02 0.30

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	127.2	4.52	3.0078E-08	1.1731E-02	4.58	-30.64	3.7045E-03	-28.53	-47.99	-18.81
2	187.1	4.55	7.2084E-08	1.1798E-02	10.32	-24.71	3.7036E-03	-28.73	-48.21	-18.84
3	247.1	4.57	3.8305E-08	1.1792E-02	9.74	-25.31	3.7035E-03	-28.75	-48.23	-18.86
4	1326.3	7.60	8.6046E-08	1.1693E-02	1.30	-34.01	3.7034E-03	-28.80	-48.25	-18.88
5	1379.1	1.45	1.0771E-08	1.1701E-02	1.85	-33.33	3.7021E-03	-29.14	-48.69	-19.23
6	1452.7	1.19	1.5660E-08	1.1743E-02	5.58	-29.67	3.7003E-03	-29.59	-49.04	-19.69
7	1475.1	1.12	1.4757E-08	1.1762E-02	7.19	-27.87	3.6965E-03	-30.80	-50.03	-20.72
8	1596.4	2.05	2.9819E-08	1.1748E-02	6.00	-28.13	3.6965E-03	-29.81	-49.26	-19.92
9	1883.6	0.72	7.7963E-09	1.1755E-02	6.64	-28.46	3.6973E-03	-30.38	-49.80	-20.48
10	1890.4	0.61	5.3190E-09	1.1777E-02	8.48	-26.54	3.6977E-03	-30.26	-49.71	-20.38
11	1984.6	0.67	7.4083E-09	1.1780E-02	8.74	-26.29	3.8981E-03	-30.15	-49.60	-20.27

$n_A$ 

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004BU2F3.raw	Acquisition Date: 20/4/07 18:21
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 30
Line: 15	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Blanc urinaire 2 Pool4 F3/45uL	

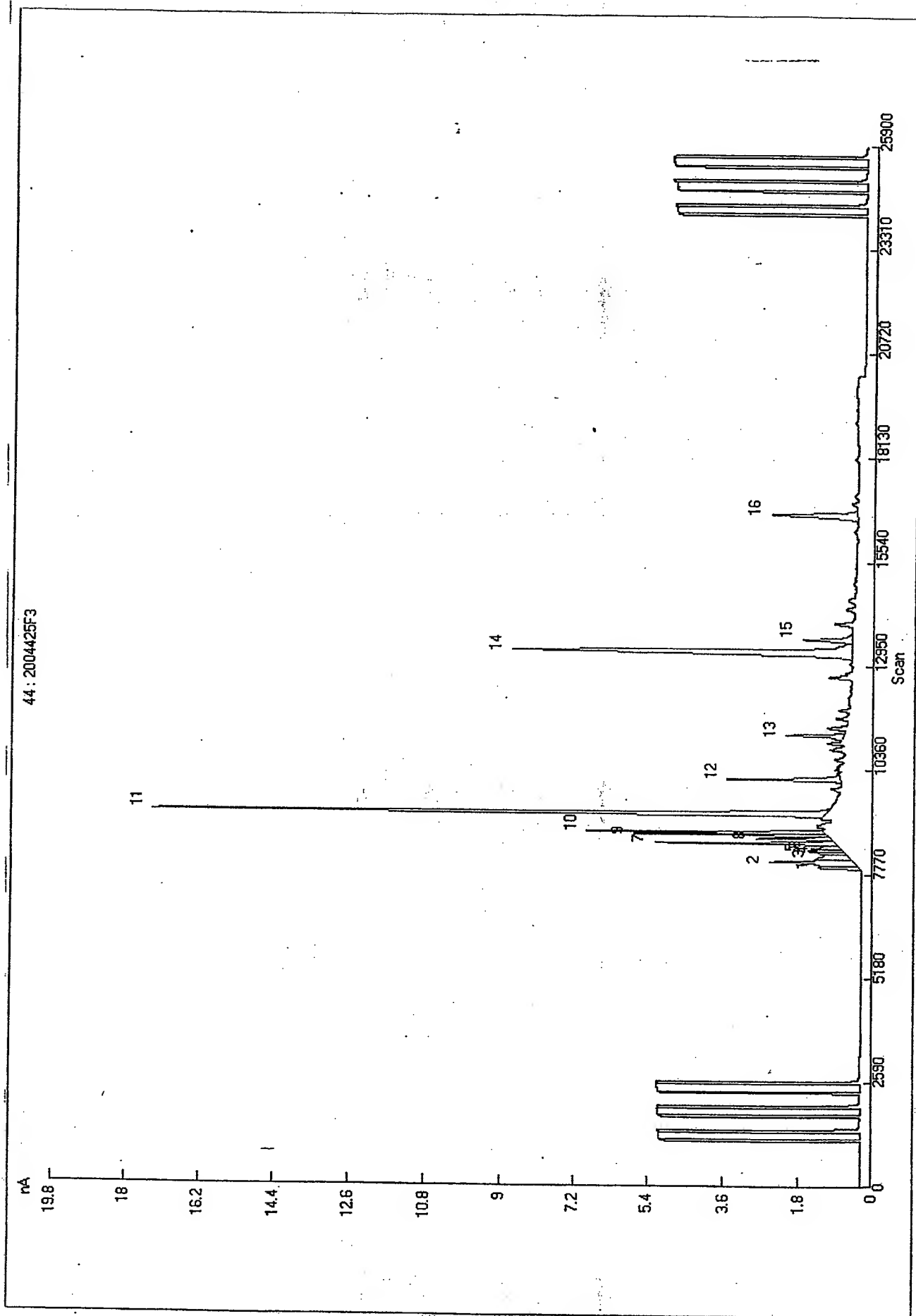
Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	Molecular delta
Label: Value:	Label: Value:
Ratio 1: 13C      -38.3	delta 45      -34.83
Ratio 2: 18O      -20	delta 46      -20.06
	wrt: PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.89	127.6	1.1679E-02	3.8128E-03
2	4.89	187.4	1.1679E-02	3.8120E-03
3	4.87	247.4	1.1679E-02	3.8113E-03
11	4.83	2427.6	1.1680E-02	3.8110E-03
12	4.87	2487.5	1.1680E-02	3.8121E-03
13	4.91	2547.5	1.1679E-02	3.8131E-03

Mean: 1.1679E-02      3.8121E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02      0.24

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	807.7	2.17	9.4525E-08	1.1790E-02	9.48	-25.58	3.7027E-03	-28.88	-48.16	-18.78
2	883.97	2.17	2.2930E-08	1.1735E-02	4.75	-30.45	3.7020E-03	-28.88	-48.34	-18.97
3	1287.2	2.11	1.5876E-08	1.1763E-02	7.18	-27.93	3.7008E-03	-29.19	-48.65	-19.29
4	1328.0	2.16	6.1270E-08	1.1788E-02	7.62	-27.49	3.7020E-03	-28.86	-48.33	-18.96
5	1358.6	1.97	1.2824E-08	1.1781E-02	7.02	-28.30	3.7012E-03	-29.10	-48.58	-19.20
6	1400.5	1.37	1.0681E-08	1.1770E-02	7.72	-27.37	3.7001E-03	-29.37	-48.83	-19.47
7	1675.8	2.54	4.2288E-08	1.1778E-02	8.48	-26.80	3.7023E-03	-28.80	-48.27	-18.90



6k



# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004425F3.raw	Acquisition Date: 20/04/07 19:06
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp1	Injection Volume: 30
Line: 16	Bottle:
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: A 825425 F3/20uL	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.87	127.8	1.1679E-02	3.8129E-03
2	4.89	187.4	1.1679E-02	3.8121E-03
3	4.91	247.4	1.1679E-02	3.8115E-03
20	4.58	2427.4	1.1679E-02	3.8108E-03
21	4.59	2487.3	1.1679E-02	3.8126E-03
22	4.66	2547.3	1.1679E-02	3.8131E-03

Mean: 1.1679E-02    3.8122E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.25

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	794.5	1.00	7.0053E-09	1.1666E-02	-1.14	-36.32	3.6792E-03	-34.88	-54.21	-25.02
2	808.3	2.04	1.9743E-08	1.1747E-02	5.81	-29.35	3.7020E-03	-28.90	-48.37	-19.00
3	816.7	0.66	6.5648E-09	1.1734E-02	4.75	-30.45	3.7018E-03	-28.96	-48.42	-19.05
4	829.5	0.68	3.7186E-09	1.1739E-02	5.13	-30.04	3.7005E-03	-29.30	-48.75	-19.40
5	835.2	0.87	5.0773E-09	1.1717E-02	3.29	-31.94	3.7007E-03	-29.25	-48.70	-19.34
6	841.0	0.74	5.2192E-09	1.1750E-02	6.06	-29.10	3.7027E-03	-26.71	-48.18	-18.81
7	854.3	4.33	2.1485E-08	1.1891E-02	1.03	-34.27	3.7011E-03	-29.13	-48.58	-19.22
8	866.0	1.81	8.6856E-09	1.1892E-02	1.09	-34.21	3.7012E-03	-29.10	-48.65	-19.19
9	875.9	4.64	2.1743E-08	1.1878E-02	-0.12	-35.45	3.7002E-03	-29.37	-48.81	-19.46
10	882.9	5.19	2.7824E-08	1.1735E-02	4.79	-30.39	3.7005E-03	-29.29	-48.75	-19.39
11	929.9	16.22	1.0897E-07	1.1869E-02	0.83	-34.48	3.7008E-03	-29.22	-48.67	-19.31
12	1013.0	2.74	1.7598E-08	1.1640E-02	-3.35	-38.76	3.6988E-03	-29.73	-49.15	-19.82
13	1123.5	1.42	9.5418E-09	1.1645E-02	-2.94	-38.36	3.7001E-03	-28.41	-48.84	-19.49
14	1333.3	9.82	9.2553E-08	1.1773E-02	8.05	-22.04	3.7018E-03	-28.95	-48.42	-19.05
15	1368.4	15.22	1.0190E-08	1.1770E-02	7.78	-27.30	3.6993E-03	-28.81	-48.06	-19.72
16	1672.3	2.09	2.1708E-08	1.1785E-02	9.03	-26.02	3.7008E-03	-29.23	-48.69	-19.33

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 1/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

Numéro d'échantillon : ..... A 993856 ..... A 82525

Numéro d'identification de l'appareil : ..... I sapine 4 .....  
.....

Instruction de confirmation : ..... I- CONF 31 .....  
.....

### 1. Tune

Spécification : plateau du peak Centre  $\geq 10$  V

Tune conforme : oui ☒ non ☐

### 2. Stabilité de l'instrument

Spécification: écart mesuré entre valeur maximale et valeur minimale du ratio 2/1  $\leq 0.5$  ‰

Stabilité conforme : oui ☒ non ☐

### 3. Précision de l'instrument

Code de la solution Mix Cal IRMS: ..... 005 .....  
.....

Valeurs obtenues (‰) pour 3 injections:

	Décane	Undécane	Dodécane	Méthyldécanoate
Moyenne	-32,71	-28,18	-32,04	-31,02
Ecart-type	0,03	0,05	0,07	0,12

Spécification: écart-type d'au moins 3 alcanes  $\leq 0.5$  ‰

Précision conforme : oui ☒ non ☐

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-CC-10 Version : C Date : 09/05/2006 2/2
VERIFICATION DES PERFORMANCES INSTRUMENTALES EN CONFIRMATION CG/C/IRMS		

#### 4. Calibration de l'instrument

Code de la solution Mix Cal Acétate:.....

Valeurs obtenues (‰):

	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Mix Cal Acétate 01	-30,55	-20,01	-33,64	-16,34
Mix Cal Acétate 02	-31,16	-19,80	-33,70	-16,41

Intervalle de valeurs acceptables:

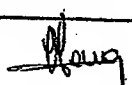
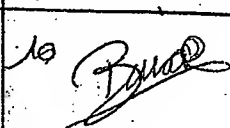
	5a Androstanol AC	Etiocolanolone AC	5b Androstanediol diAC	11 Kétoetiocolanolone AC
Valeurs théoriques	-30.46	-19.91	-33.81	-16.30
Valeurs théoriques + 0.5‰	-29.96	-19.41	-33.31	-15.80
Valeurs théoriques - 0.5‰	-30.96	-20.41	-34.31	-16.80

Résultats conformes : oui ☒ non ☐

Résultats : CONFORME / NON CONFORME  
Rayer la mention inutile

Observations:

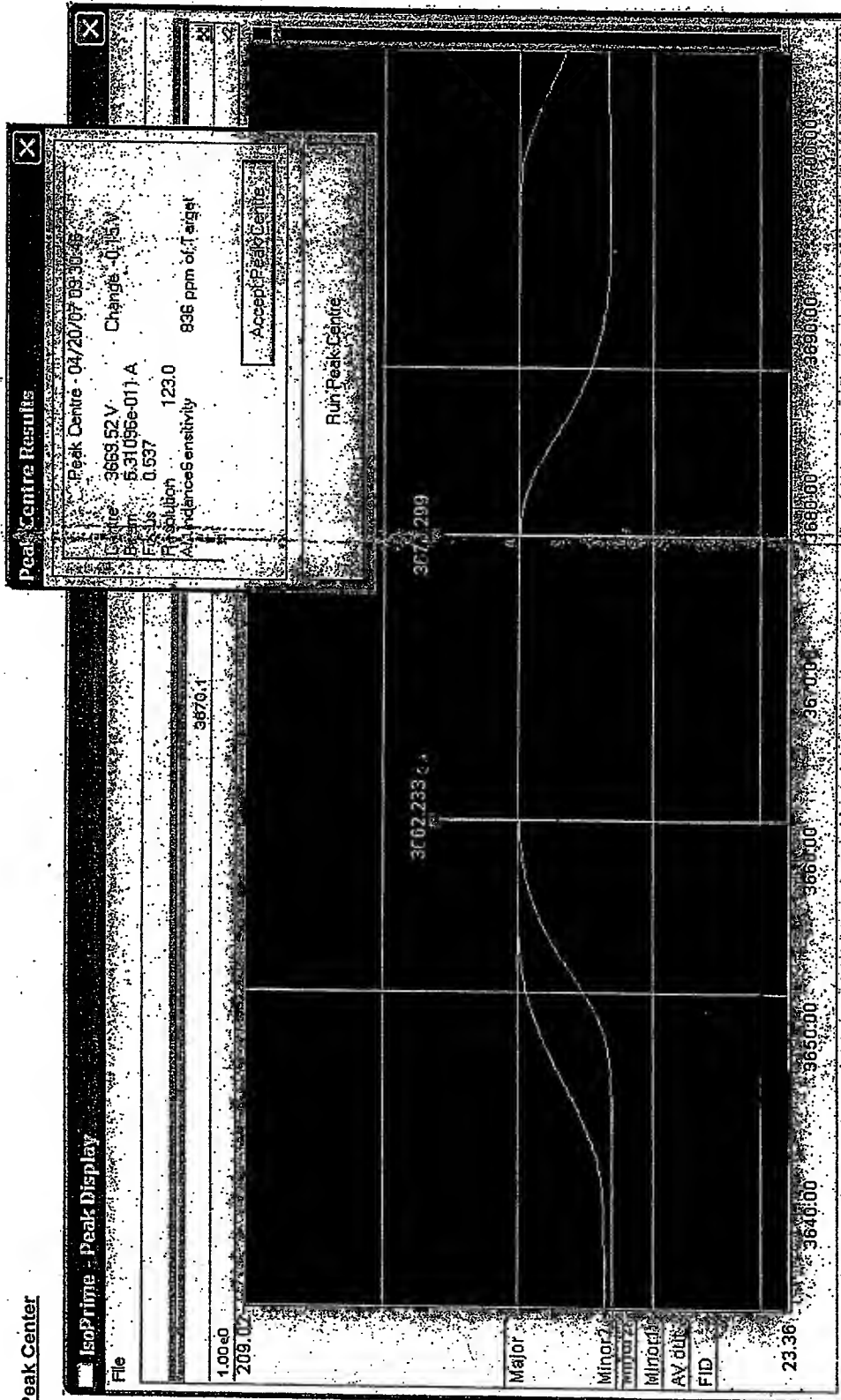
#### Validation

Opérateur		Responsable	
Date	Code et Visa	Date	Code et Visa
21/04/07	49 	21/04/07	10 

Cet enregistrement est à transmettre au responsable du secteur confirmation concerné  
puis à archiver vivant dans le dossier matériel de l'appareil concerné dans la section correspondante.

20/04/2007

Peak Center



70

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite1.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2004.spl  
Line: 1  
MS file: Co2 stab  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: Do Nothing  
Sample ID:  
Description: test de stabilite

Acquisition Date: 20/4/07 9:38  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 0  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2                      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
		Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:		Label:	Value:	wrt:
Ratio 1:	13C	-36.3		delta 45	-34.83	PDB
Ratio 2:	18O	-20		delta 46	-20.08	PDB

Peak No	Major Height (mV)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.66	37.5	1.1681E-02	3.8103E-03
2	4.85	97.3	1.1681E-02	3.8111E-03
3	4.66	157.3	1.1681E-02	3.8105E-03
4	4.66	217.3	1.1681E-02	3.8104E-03
5	4.66	277.3	1.1681E-02	3.8104E-03
6	4.87	337.3	1.1681E-02	3.8103E-03
7	4.67	397.3	1.1681E-02	3.8102E-03
8	4.88	457.3	1.1681E-02	3.8104E-03
9	4.69	517.3	1.1681E-02	3.8104E-03
10	4.71	577.3	1.1681E-02	3.8101E-03

Mean: 1.1681E-02    3.8104E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.08

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (mV)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

91

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite2.raw	Acquisition Date: 20/4/07 8:49
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spi	Injection Volume: 0
Line: 2	Bottle: 1
MS file: Co2 stab	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: Do Nothing	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de stabilite	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

Peak No	Major	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.73	37.4	1.1681E-02	3.8101E-03
2	4.74	97.3	1.1681E-02	3.8102E-03
3	4.76	157.4	1.1681E-02	3.8100E-03
4	4.77	217.4	1.1681E-02	3.8102E-03
5	4.81	277.4	1.1681E-02	3.8099E-03
6	4.85	337.4	1.1682E-02	3.8093E-03
7	4.91	397.5	1.1682E-02	3.8087E-03
8	4.97	457.5	1.1682E-02	3.8085E-03
9	4.98	517.5	1.1682E-02	3.8082E-03
10	4.98	577.8	1.1682E-02	3.8080E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8093E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02 0.08

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004stabilite3.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2004.spl  
Line: 3  
MS file: Co2 stab  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: Do Nothing  
Sample ID:  
Description: test de stabilite

Acquisition Date: 20/4/07 10:00  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 0  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
		Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1:	13C	-38.3	delta 45	-34.83	PDB	
Ratio 2:	18O	-20	delta 46	-20.08	PDB	

Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.94	57.6	1.1681E-02	3.8086E-03
2	4.92	97.8	1.1681E-02	3.8089E-03
3	4.90	157.5	1.1682E-02	3.8087E-03
4	4.88	217.5	1.1682E-02	3.8090E-03
5	4.87	277.5	1.1681E-02	3.8090E-03
6	4.85	337.5	1.1681E-02	3.8089E-03
7	4.85	397.5	1.1681E-02	3.8090E-03
8	4.84	457.5	1.1682E-02	3.8087E-03
9	4.85	517.5	1.1682E-02	3.8084E-03
10	4.85	577.5	1.1682E-02	3.8089E-03

Mean: 1.1662E-02    3.8088E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.06

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
---------	----------	-------------------	------------	-------------	-----------	-----------	-------------	-----------	-----------	-----------------------

LNDD	MODE OPÉRATOIRE	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 1 / 2
ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2		

Appareil concerné: Isoprime 2

COLONNE : Type : DB17-MS JW Scien 122.4732  
Longueur : 30 m  
Diamètre interne : 0,25 mm  
Epaisseur du film : 0,25 µm

INJECTION : Mode : Split Ratio: 120/30 ASSURANCE QUALITE  
Température : 280 °C LNDD  
Volume injecté : 2 µl *AB*  
*18/10/06*

CONDITION GC : Température initiale : 100°C pendant 4 min  
Gradient de température: 100°C->150°C à 15°C/min  
150°C->200°C à 30°C/min  
Température finale : 200 °C pendant 1 min  
Pression He constante : tr Décane environ 190 s

INTERFACE : Piège à eau: -100°C  
Four à combustion : 850°C  
Ligne de transfert : 350°C

**CONFIDENTIEL**

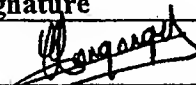


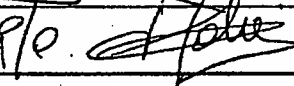
CONDITIONS MS : Mode d'acquisition : SIM sur les ions 44, 45 et 46  
Programmation de l'acquisition: Temps d'acquisition total: 840s  
à 20s RG open  
à 50s RG close  
à 80s RG open  
à 110s RG close  
à 160 HS close  
à 600s HS open  
à 720s RG open  
à 750s RG close  
à 780s RG open  
à 810s RG open  
Délai avant fin de l'acquisition: 30s

APPLICABLE le

25 JAN. 2006



<b>LNDD</b>	<b>MODE OPÉRATOIRE</b>	Codification : M-AN-38B Version : A Date : 25/01/2006 2 / 2
<b>ANALYSE DU MIX ALCANE POUR LE CONTRÔLE DE ISOPRIME 2</b>		

Action	Personne concernée	Date	Signature
rédigé par	Cynthia MONGONGU	13/01/2006	
vérifié par	Corinne BUISSON	25/01/2006	
vérifié par	Aurélien LAURENT	25/01/2006	
approuvé par	Jacques DE CEAURRIZ	25/01/2006	

<b>EVOLUTIONS</b>
-------------------

N° Version	Motif	Date
A	Création du document.	25/01/2006

**CONFIDENTIEL**

75

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS01.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2004.spl  
Line: 4  
MS file: M-AN38B  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN38b  
Sample ID:  
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 20/4/07 10:13  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 10  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
		Elemental delta		Molecular delta		
	Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1:	13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2:	18O	-20	delta 48	-20.06	PDB	

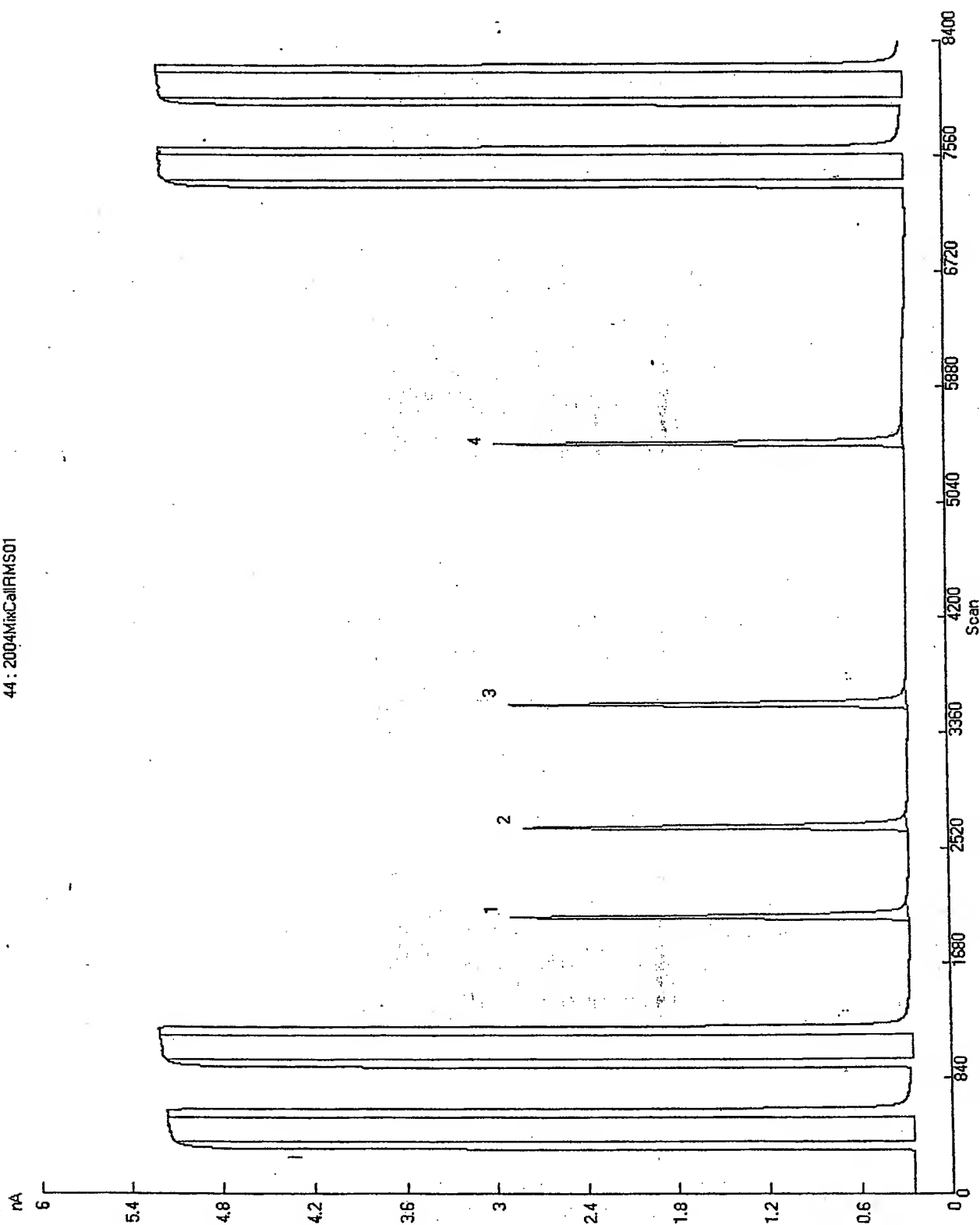
Peak No.	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.90	47.7	1.1681E-02	3.8116E-03
2	4.94	107.5	1.1681E-02	3.8114E-03
7	4.91	747.7	1.1681E-02	3.8114E-03
8	4.91	807.5	1.1681E-02	3.8122E-03

Mean: 1.1681E-02    3.8117E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.10

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	2.63	8.4579E-09	1.1711E-02	2.56	-32.71	3.7012E-03	-28.98	-48.41	-18.04
2	287.3	2.54	8.3390E-09	1.1783E-02	6.98	-28.13	3.7003E-03	-29.19	-48.66	-19.30
3	358.8	2.83	8.7111E-09	1.1718E-02	3.19	-32.03	3.8990E-03	-29.58	-49.00	-19.68
4	548.9	2.71	8.7939E-09	1.1729E-02	4.11	-31.10	3.7007E-03	-28.12	-48.58	-19.22

44 : 2004MixCallRMS01



77

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS02.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2004.spl  
Line: 5  
MS file: M-AN38B  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN38b  
Sample ID:  
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005

Acquisition Date: 20/4/07 10:55  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 10  
Bottle: 1  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None.
Gas: CO2                      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta					
Label:		Value:	Label:	Value:	
Ratio 1: 13C		-38.3	delta 45	-34.83	
Ratio 2: 18O		-20	delta 46	-20.06	
				wrt: PDB	
				PDB	

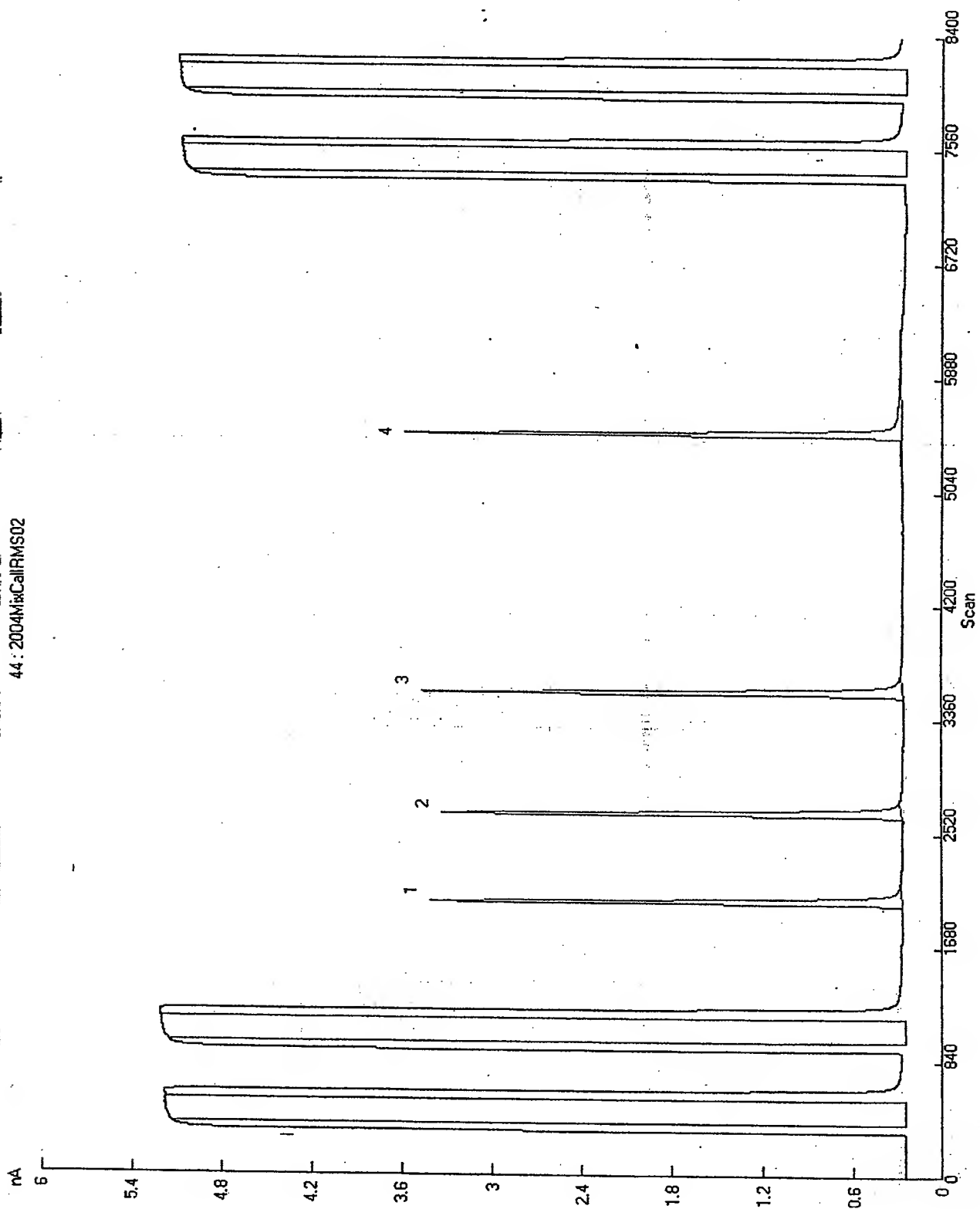
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.82	47.7	1.1883E-02	3.8098E-03
2	4.95	107.5	1.1883E-02	3.8100E-03
7	4.82	747.8	1.1882E-02	3.8122E-03
8	4.84	807.4	1.1882E-02	3.8127E-03

Mean: 1.1882E-02 3.8112E-03  
Std Dev of fit (%): 0.01 0.04

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	201.9	3.15	1.0072E-08	1.1712E-02	2.53	-32.73	3.7001E-03	-28.83	-48.39	-19.02
2	287.1	3.07	1.0033E-08	1.1784E-02	8.91	-28.20	3.8988E-03	-29.30	-48.76	-19.41
3	358.5	3.21	1.0526E-08	1.1718E-02	3.12	-32.11	3.8987E-03	-29.44	-48.89	-19.54
4	546.9	3.32	1.0953E-08	1.1733E-02	4.37	-30.88	3.7061E-03	-27.88	-47.17	-17.76

44: 2004MrCallRMS02



79

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalIRMS03.raw	Acquisition Date: 20/4/07 11:11
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.spl	Injection Volume: 10
Line: 6	Bottle: 1
MS file: M-AN38B	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN38b	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: test de performance Mix Cal IRMS 005	

Reference standard					Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2					
Ratio type: Elemental					
Deconvolution: Craig					
Elemental delta		Molecular delta			
Label:	Value:	Label:	Value:	wrt:	
Ratio 1: 13C	-38.3	delta 45	-34.63	PDB	
Ratio 2: 18O	-20	delta 46	-20.06	PDB	

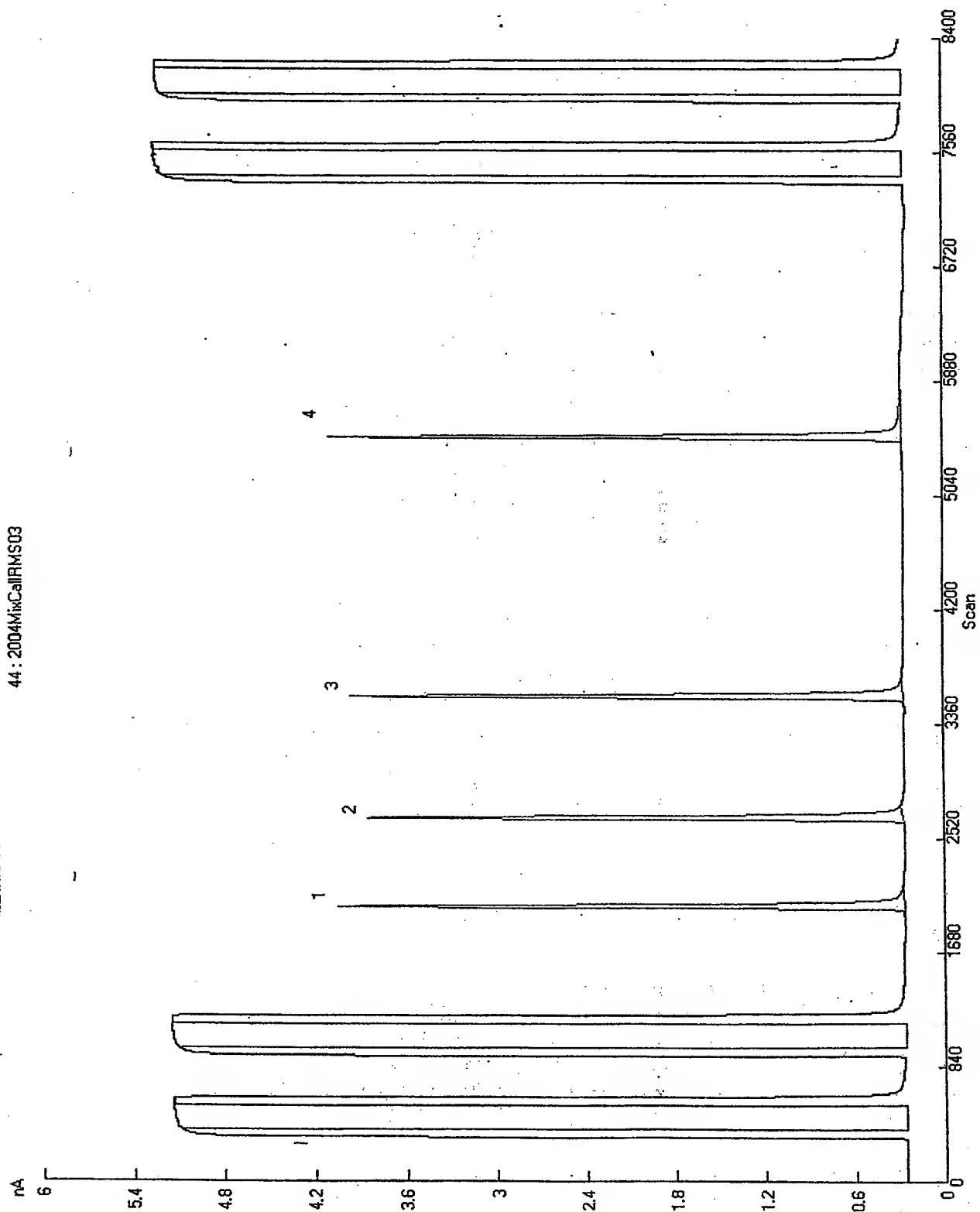
Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
2	4.88	107.5	1.1882E-02	3.8111E-03
7	4.88	747.8	1.1883E-02	3.8114E-03
8	4.88	807.8	1.1882E-02	3.8118E-03

Mean: 1.1682E-02 3.8112E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03 0.07

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	202.1	3.78	1.1863E-08	1.1712E-02	2.59	-32.68	3.7015E-03	-28.73	-48.19	-18.81
2	287.4	3.57	1.1675E-08	1.1763E-02	8.91	-28.22	3.7017E-03	-28.69	-48.16	-18.79
3	358.8	3.69	1.2133E-08	1.1720E-02	3.25	-31.98	3.8998E-03	-29.20	-48.65	-19.28
4	547.0	3.82	1.2231E-08	1.1730E-02	4.12	-31.08	3.8994E-03	-29.38	-48.81	-19.46

44: 2004MkCallRMS03



81

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalAcetate01.raw  
Project: controle2007.PRO  
Sample list: 2004.spl  
Line: 7  
MS file: M-AN41  
Inlet: GC-combustion  
Inlet file: M-AN41  
Sample ID:  
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C

Acquisition Date: 20/04/07 12:23  
Weight: 0.00  
Injection Volume: 10  
Bottle: 2  
Type:  
Standard:  
Slot Number: JB 251  
Run Index:

Reference standard					Corrections	
Species: CO2 by CF (uncalibrated)					Equilibrium correction: None	
Gas: CO2                      Uncalibrated CO2						
Ratio type: Elemental						
Deconvolution: Craig						
Elemental delta					Molecular delta	
Label:		Value:	Label:		Value:	wrt:
Ratio 1: 13C		-38.3	delta 45		-34.63	PDB
Ratio 2: 18O		-20	delta 48		-20.06	PDB

Peak No	Major Height (nA)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.86	127.7	1.1683E-02	3.6095E-03
2	4.93	187.5	1.1682E-02	3.6069E-03
3	4.91	247.5	1.1682E-02	3.6091E-03
6	4.52	2427.3	1.1682E-02	3.6118E-03
8	4.56	2487.2	1.1681E-02	3.6125E-03
10	4.67	2547.2	1.1681E-02	3.6129E-03

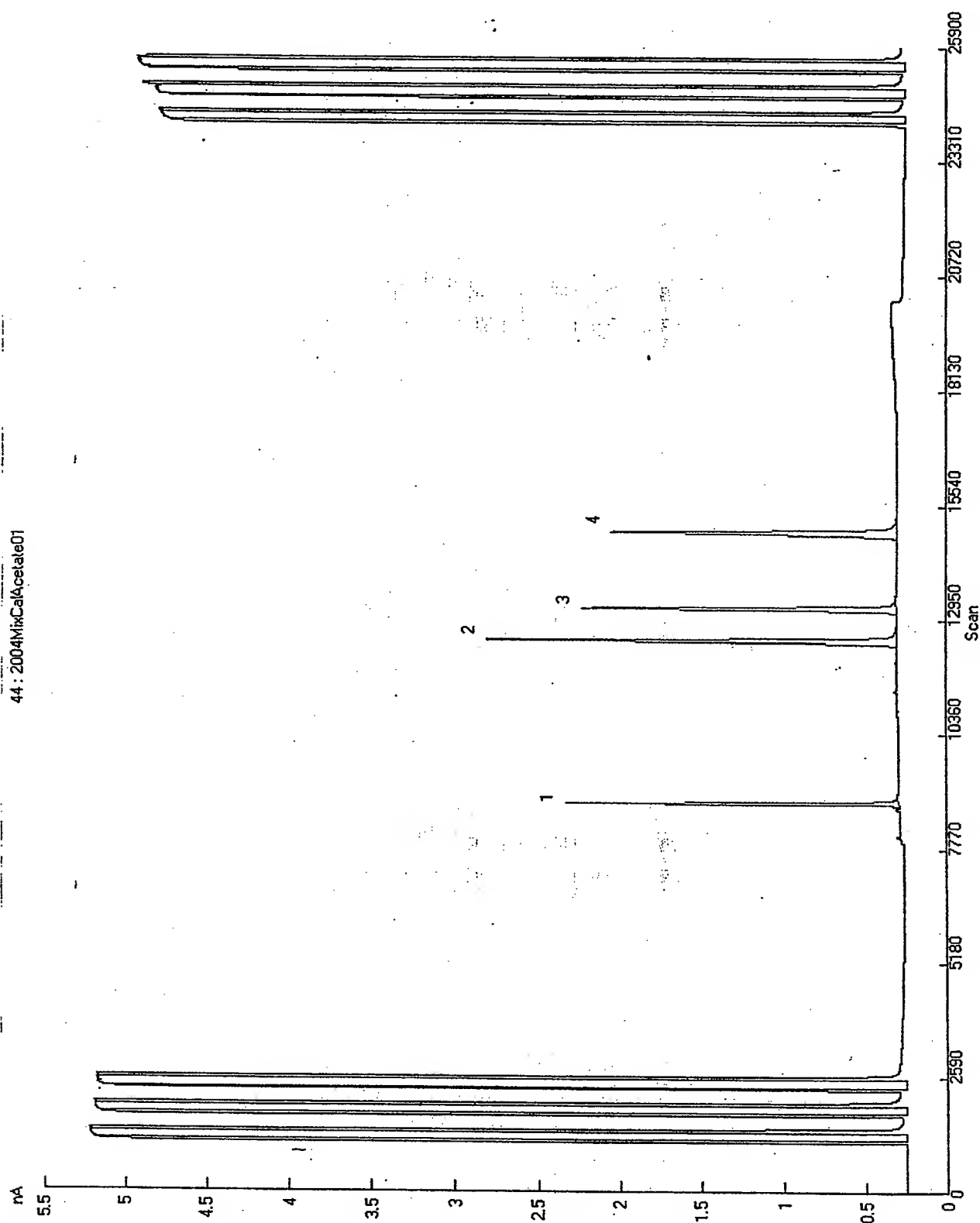
Mean: 1.1682E-02    3.6110E-03  
Std Dev of fit (%): 0.02    0.11

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (nA)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.6	2.03	9.4760E-09	1.1737E-02	4.86	-30.66	3.7018E-03	-28.55	-48.02	-18.84
2	1248.7	2.50	1.8752E-08	1.1658E-02	14.88	-20.01	3.7031E-03	-28.29	-47.78	-18.40
3	1321.4	1.92	1.4054E-08	1.1701E-02	1.87	-33.64	3.7022E-03	-28.53	-48.00	-18.62
4	1493.8	1.75	1.8286E-08	1.1897E-02	18.39	-16.38	3.7004E-03	-29.07	-48.56	-19.20



44 : 2004MixCalAcetate01



83

# Stable Isotope CF Analysis Results

File: 2004MixCalAcetate02.raw	Acquisition Date: 20/4/07 22:50
Project: controle2007.PRO	Weight: 0.00
Sample list: 2004.sp	Injection Volume: 10
Line: 21	Bottle: 2
MS file: M-AN41	Type:
Inlet: GC-combustion	Standard:
Inlet file: M-AN41	Slot Number: JB 251
Sample ID:	Run Index:
Description: Calibration Mix Cal Acetate 001C	

Reference standard	Corrections
Species: CO2 by CF (uncalibrated)	Equilibrium correction: None
Gas: CO2      Uncalibrated CO2	
Ratio type: Elemental	
Deconvolution: Craig	
Elemental delta	
Label:      Value:      Molecular delta	
Ratio 1: 13C      -38.3      delta 45      -34.63      wrt: PDB	
Ratio 2: 18O      -20      delta 46      -20.06      PDB	

Peak No	Major Height (mV)	RT (Sec)	Ratio 45/44	Ratio 46/44
1	4.92	127.5	1.1679E-02	3.8125E-03
2	5.00	187.5	1.1679E-02	3.8111E-03
3	5.08	247.5	1.1679E-02	3.8101E-03
8	4.75	2427.5	1.1679E-02	3.8118E-03
9	4.79	2487.4	1.1679E-02	3.8121E-03
10	4.89	2547.5	1.1679E-02	3.8123E-03

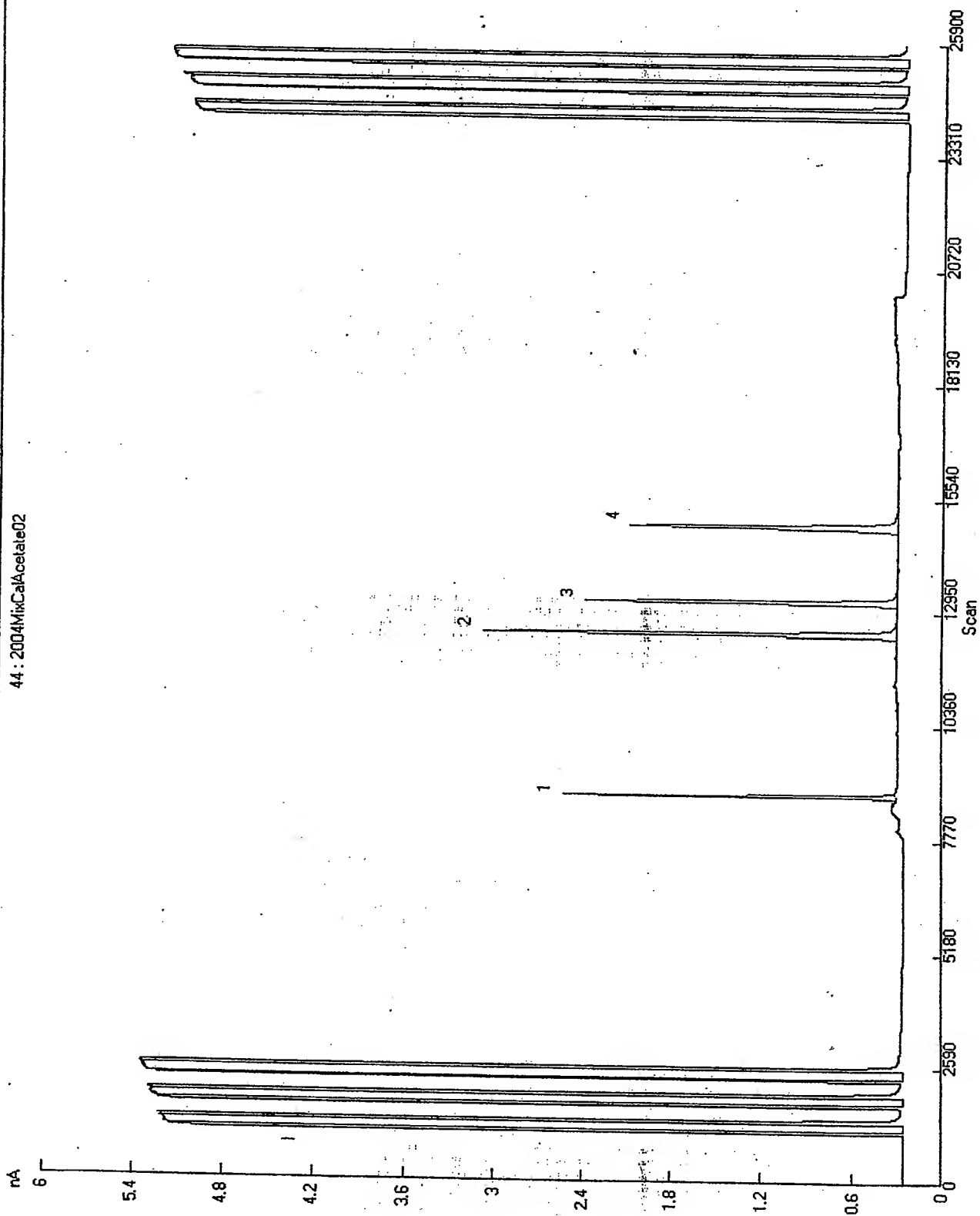
Mean: 1.1679E-02    3.8116E-03  
Std Dev of fit (%): 0.03    0.24

## Sample Data

Peak No	RT (Sec)	Major Height (mV)	Major Area	Ratio 45/44	Raw Delta	delta 13C	Ratio 46/44	Raw Delta	delta 18O	delta 18O w.r.t. SMOW
1	880.0	2.23	1.0399E-08	1.1728E-02	4.06	-31.16	3.7019E-03	-28.73	-48.20	-18.82
2	1247.9	2.77	2.0143E-08	1.1855E-02	15.08	-19.89	3.7024E-03	-28.63	-48.12	-18.75
3	1320.5	2.08	1.5344E-08	1.1698E-02	1.60	-33.70	3.7024E-03	-28.85	-48.11	-18.73
4	1493.1	1.78	1.6872E-08	1.1894E-02	18.37	-16.41	3.7023E-03	-28.70	-48.19	-18.82

74

44: 2004MixCalAcetate02



LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : <b>E-FCR-06</b>
		Version : <b>F</b>
		Date : <b>20/09/2006</b>
		Page : <b>1/2</b>
<b>FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS</b>		

Echantillon : A825425 Instrument : **GC/C/IRMS Isoprime 2**  
 Répertoire: 2004 CO et paraphe: 26cf

Valeur isotopique du réactif de dérivation: -52,69

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Fraction F1 (métabolites de la cortisone et du cortisol)**

	Blanc urinaire		Echantillon	
	SI	11 Kétoétio	SI	11 Kétoétio
Nom du fichier	2004Blu2F1	2004Blu2F1	2004425F1	2004425F1
tr (s)	880	1494	880	1497
trr	-	1,699	-	1,701
Intensité (nA)	1,2	2,0	1,7	3,1
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,78	-24,62	-31,32	-23,77
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,67	-	-20,73

**Fraction F2 (Kétos)**

	Blanc urinaire			Echantillon		
	SI	Etio	Andro	SI	Etio	Andro
Nom du fichier	2004Blu2F2	2004Blu2F2	2004Blu2F2	2004425F2	2004425F2	2004425F2
tr (s)	881	1251	1278	882	1256	1280
trr	-	1,420	1,451	-	1,424	1,451
Intensité (nA)	2,7	3,9	4,4	6,2	7,1	4,8
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,40	-25,36	-24,54	-30,64	-24,71	-25,31
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,48	-21,58	-	-21,76	-22,43

**Fraction F3 (Diols)**

	Blanc urinaire			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	2004Blu2F3	2004Blu2F3	2004Blu2F3	2004Blu2F3
tr (s)	882	1328	1359	1676
trr	-	1,506	1,541	1,901
Intensité (nA)	4,9	5,9	1,8	3,5
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,45	-27,49	-28,10	-26,60
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-22,18	-22,92	-21,63

	Echantillon			
	SI	5 $\beta$ Adiol	5 $\alpha$ Adiol	5 $\beta$ Pdiol
Nom du fichier	2004425F3	2004425F3	2004425F3	2004425F3
tr (s)	882	1333	1361	1672
trr	-	1,511	1,543	1,895
Intensité (nA)	5,7	8,2	1,2	2,1
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ mesurée	-30,39	-27,04	-27,30	-26,02
$\delta^{13}\text{C}$ ‰ corrigée	-	-21,64	-21,95	-20,94

86

LNDD	ENREGISTREMENT	Codification : E-FCR-06
		Version : F
		Date : 20/09/2006
		Page : 2/2
FICHE D'ANALYSE / RESULTATS GC/C/IRMS		

	valeur de référence d'une population témoin		Echantillon dans les normes	
	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ haute	$\delta^{13}\text{C} \text{ ‰}$ basse	oui	non
11 Kétoétio	-17,58	-26,27	✓	
Etio	-19,56	-26,10	✓	
Andro	-18,43	-25,02	✓	
5β Adiol	-18,55	-26,97	✓	
5α Adiol	-18,59	-27,40	✓	
5β Pdiol	-18,25	-25,55	✓	

	Blu	Echantillon		
	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} + 0,8 \text{‰}$	$\Delta \text{‰}$	$\Delta \text{‰} - 0,8 \text{‰}$
Etio - 11 Kétoétio	-0,82	-0,24	-1,04	-1,84
Andro - 11 Kétoétio	0,09	-0,90	-1,70	-2,50
5β Adiol - 5β Pdiol	-0,55	0,10	-0,70	-1,50
5α Adiol - 5β Pdiol	-1,29	-0,21	-1,01	-1,81

Seuil de positivité de l'AMA:  $\delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{métabolite}) - \delta^{13}\text{C} \text{‰}(\text{composé endogène de référence}) > 3 \text{‰}$

$\delta^{13}\text{C}$  du composé  $< -28 \text{‰}$

Variation maximale admissible liée à la méthode:  $\pm 0,8 \text{‰}$

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

### Conclusion

L'analyse de l'échantillon par spectrométrie de masse de rapport isotopique (EC31) n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone.

Partie à remplir par le responsable

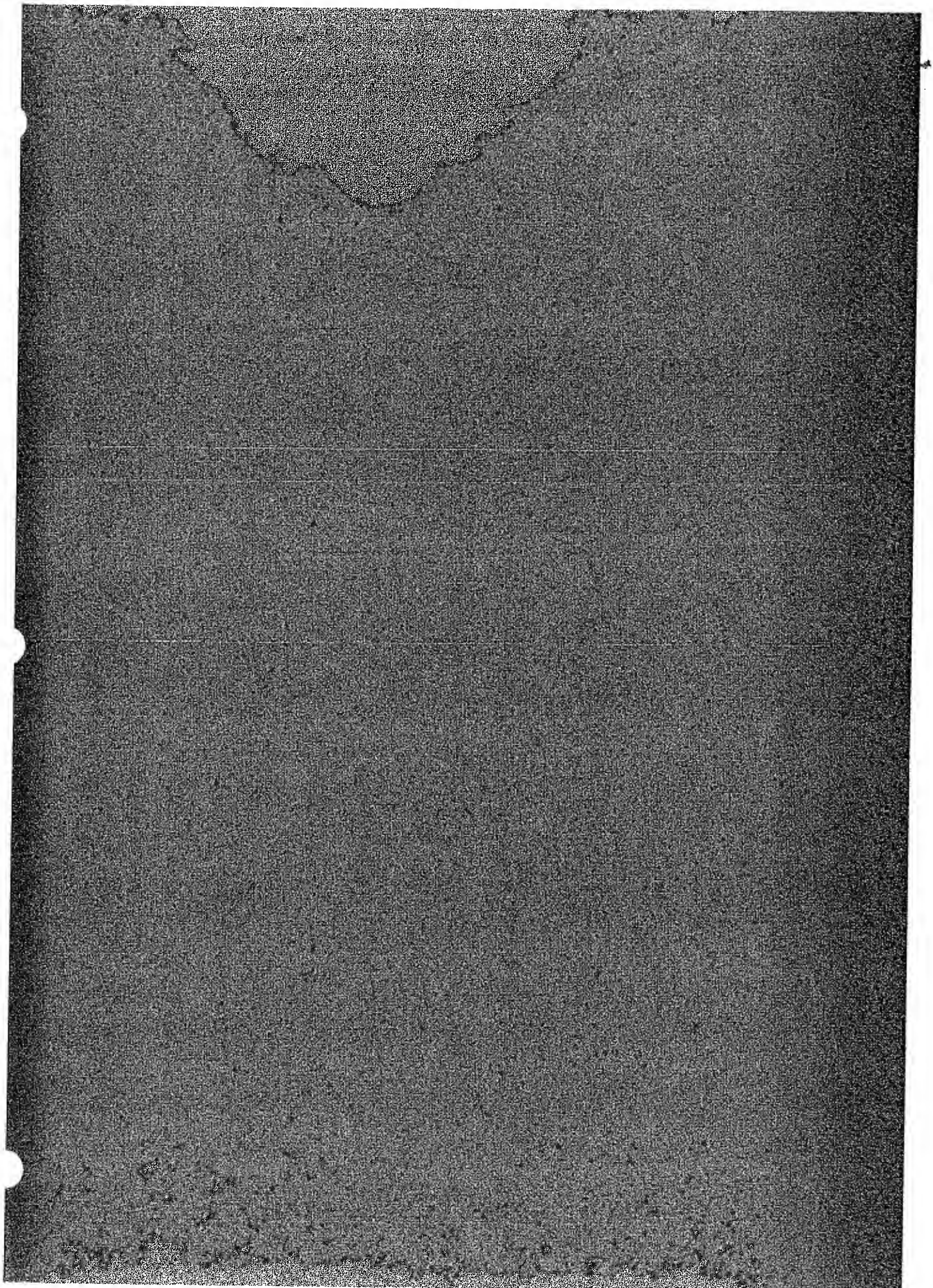
Date et Paraphe du responsable: 21/04/07

Observations:

Ecart(s) n° :

Cet enregistrement est à mettre dans le dossier de confirmation

87



Châtenay-Malabry, le 23 avril 2007

30209

**RAPPORT D'ANALYSE N° 5****Demande d'analyse de l'USADA du 13/04/2007**

Sport : **USADA**  
Épreuve et lieu : **Réanalyse**  
Date : **16/04/2007**

COPIE CERTIFIÉE  
CONFORME DES DONNÉES  
ET FORMULAIRES ORIGINAUX

**Réception de(s) l'échantillon(s) d'urine :**

Date : **16/04/2007**  
Type de matériel : **Berlinger**  
Nombre d'échantillon(s) : **6 (sur 10 échantillons reçus)**  
Nombre de rapport(s) d'analyse : **5**  
Référence de(s) l'échantillon(s) : **825423 - 825425 - 825426 - 825427 - 993856 - 993865**

**Résultats (Cf référentiels en vigueur : AMA 2007)**Date de début des analyses : **16/04/2007**

**Méthodes d'analyses utilisées** : Chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse et chromatographie gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de rapport isotopique.

**Conclusions :**

**L'analyse par spectrométrie de masse de rapport isotopique n'indique pas une prise de Testostérone ou de l'un de ses précurseurs sur la base de l'absence d'appauvrissement isotopique significatif des métabolites cétoniques et diols de la Testostérone**

NB :

Echantillon n° 993865 : la valeur isotopique du 5 $\alpha$ -androstanediol n'a pas pu être déterminée en raison de sa faible concentration dans l'échantillon.

J. de CHAUPRIZ  
Directeur

**Destinataire :**

- USADA - T. Tygart (1330 quail lake loop - suite 260 Colorado Springs - CO 80906 - USA)

**Copie :**

- Union Cycliste Internationale - A. GRIPPER (CH 1860 AIGLE - SUISSE)

Le laboratoire n'est pas responsable du prélèvement des échantillons. La reproduction de ce rapport d'analyse n'est autorisée que sous sa forme intégrale. Il est confidentiel et comporte 1 page(s).

1/1